

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République algérienne démocratique et populaire  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب  
Université –Ain Temouchent- Belhadj Bouchaib  
Faculté des Sciences et de Technologie  
Département de Génie Mécanique



Projet de Fin d'Etudes  
Pour l'obtention du diplôme de Master en :  
Domaine : Sciences et Technologies  
Filière : Génie des procédés  
Spécialité : Génie des procédés des matériaux  
Thème

## **Synthèse et caractérisation des biocomposites à base d'argile et biopolymère (amidon et chitosane)**

Présenté Par :

- 1) Melle MOKRANE Amina.
- 2) Melle RIAZI Fatima.

Devant le jury composé de :

Pr Nehari Driss	Professeur	UAT.B.B (Ain Temouchent)	Président
Dr Merabtene Meriem	M C B	UAT.B.B (Ain Temouchent )	Examinatrice
Pr Bachir Cherifa	Professeur	UAT.B.B (Ain Temouchent )	Encadrante
Dr Draï Ikram		UAT.B.B (Ain Temouchent )	Co-Encadrante

*Année Universitaire 2022/2023*

## Remerciements

Avant toute chose on tient à remercier Dieu le tout puissant de nous avoir donnée la force la patience et le courage pour réaliser ce travail.

Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu avoir le jour sans l'aide et l'encadrement de notre encadrante **Mme. BACHIR Cherifa**, Professeur à l'Université Belhadj Bouchaib Ain Témouchent, on la remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa rigueur et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.

Nous exprimons notre parfaite gratitude à **Melle. DRAI Ikram**, Enseignante-Vacataire a l'UAT.B.B, qui nous a accompagnées dans notre recherche, nous vous remercions pour votre gentillesse, votre aide précieuse, votre patience et vos précieux conseils.

Nous remercions très chaleureusement **Mr Nehari Driss**, Professeur à l'Université Belhadj Bouchaib Ain Témouchent, qui nous a fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire.

Nos vifs remerciements à **Mme Merabtene Meriem**, Maitre de conférences à l'UAT.B.B, qui nous a fait également l'honneur d'examiner notre travail.

Nous adressons nos sincères remerciements à l'équipe de laboratoire de chimie à l'UAT.B.B, pour l'aide précieuse lors de la réalisation de ce travail.

Enfin toute personne qui a participé de près ou de loin à l'accomplissement de ce mémoire soit sincèrement remerciée.

# Dédicace

A l'aide d'ALLAH le tout puissant, qui ma tracé le chemin de ma vie,

Je dédie ce modeste travail :

A mes très chers parents, les prunelles de mes yeux :

- ✓ A la lumière de ma vie, ma mère n'a jamais été fatiguée de se sacrifier pour nous. Rien ne vous donne votre droit, la plus belle mère.
- ✓ A mon cher papa, **LAKHDER** mon soutien dans la vie, qui a été et continuera d'être un patient, compréhensif et encourageant, sa chaleur paternelle a été et sera toujours pour moi d'un grand réconfort.

Que dieu vous procure la santé et le bonheur.

- ✓ A mes sœurs, la source de mon bonheur **SAFIA** et **HANAE**, Que Dieu vous protège pour moi.
- ✓ A mon seul frère, **HOUSSEM** qui me donne la force d'avancer dans cette vie, Merci d'être avec moi.
- ✓ A mon précieuse cousine **BOUCHRA**, Merci d'être à mes côtés.

A toute ma famille.

À mes adorables amies, c'est bon de vous rencontrer.

A mon binôme, En même temps mon amie et ma moitié **AMINA**, que Dieu te protège pour moi, la plus belle personne que je connaisse.

**FATIMA.**

# Dédicace

Je rends grâce à dieu de m'avoir donné la santé, le courage et la volonté ainsi que la conscience d'avoir terminé mes études.

Du profond de mon cœur, je dédie mon travail à tous ceux qui me sont chers.

**A ma chère mère, mon cher père**

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être.

Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.

Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, les fruits de vos innombrables sacrifices. Puisse Dieu, le très haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie.

A mes grandes familles **MOKRANE & BOUHALOUANE**, Qu'ils m'ont encouragé et supporté...

**A mes grands-parents** dont les prières m'ont toujours accompagné

Je dédie ce travail à l'âme de **mes grands-mères**, que Dieu leur fasse miséricorde.

A mes sœurs et mon frère **Mohamed, Bouchra et Hadjer**

Mes chères cousines **Fatima MOKRANE** et **Asmaa MOKRANE**

À mon âme sœur et mon binôme **Fatima RIAZI** qui m'a toujours soutenu, que Dieu te bénisse et te guide vers le meilleur et que notre amitié dure toujours ...

A mon professeur de primaire Monsieur **BOUZIDI** qui était comme un père pour moi.

A tous les amis et a tous ceux qui m'ont aimé, aidé et m'encouragé de loin ou de près.

**AMINA.**

# Sommaire

Remerciements .....	I
Dédicace .....	II
Liste des abréviations .....	III
Liste des figures .....	IV
Liste des tableaux .....	V
RESUME.....	VI
ABSTRACT .....	VI
ملخص.....	VI
INTRODUCTION GENERALE.....	1

## CHAPITRE I : Etude bibliographique

I.1 Les biocomposites.....	3
I.1.1 Historique.....	3
I.1.2 Matériau composite.....	3
I.1.3 Définition de biocomposite.....	4
I.1.4 Les méthodes de synthèse .....	5
I.1.4.1 Polymérisation in-situ .....	6
I.1.4.2 Mélange en solution.....	6
I.1.4.3 Mélange à l'état fondu .....	7
I.1.5 Les propriétés de biocomposite .....	8
I.1.6 Les applications de biocomposite .....	9
I.2 Biopolymères .....	9
I.2.1 Définition .....	9
I.2.2 Les types des biopolymères (polymères naturels) .....	10
I.2.2.A Les polysaccharides .....	10
A.1 l'amidon.....	10
A.1.1 Composition de l'amidon .....	11
A.1.2 Structure de l'amidon .....	11
A.1.3 Cristallinité d'amidon.....	12
A.1.4 Propriétés physico-chimiques de l'amidon .....	12
A.1.5 Application de l'amidon.....	13

A.2 Le chitosane.....	13
A.2.1 Les sources de chitosane .....	13
A.2.2 Cristallinité de chitosane .....	14
A.2.3 Propriétés et applications du chitosane .....	14
I.3 Les Argiles .....	14
I.3.1 Généralité et Définition.....	14
I.3.2 Structure des minéraux argileux .....	15
I.3.3 Classification des minéraux argileux .....	16
I.3.4 Les propriétés des argiles et domaine d’application .....	16
I.3.5 Traitement des argiles .....	17
I.3.5.1 Activation des argiles.....	17
I.3.6 Illite .....	17
I.3.6.1 Définition .....	17
I.3.6.2 Structure .....	17
I.3.6.3 Propriétés et applications de l’argile illitique .....	18
I.4 Les différents types de composites argile/polymère.....	19
I.5 Matériaux composite à base argile/amidon.....	20
I.5.1 Introduction.....	20
I.5.2 Application.....	20
I.5.3 Propriétés .....	20
I.6 Matériaux composites à base d’argile/chitosane.....	21
I.6.1 Introduction.....	21
I.6.2 Application.....	21
I.6.3 Propriétés .....	21
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	23

## **Chapitre II : Méthodes et matériels utilisés**

II.1 Introduction .....	29
II.2 Méthodes de caractérisation .....	29
II.2.1 Diffraction des rayons X.....	29
II.2.2 Spectroscopie FT-IR.....	30
II.3 Matériaux de départ .....	30
II.3.1 Argile brute.....	30
II.3.1.A Traitement d’argile .....	30

II.3.1.1 Caractérisation d'argile par DRX .....	32
II.3.1.2 Caractérisation d'argile par IR .....	33
A. Argile brute.....	33
B. Argile traitée .....	33
II.3.2 Biopolymères utilisés .....	34
A) Amidon commercial.....	34
B) Chitosane commercial .....	35
II.3.2.1 Caractérisations des biopolymères par DRX.....	35
A) Amidon.....	35
B) Chitosane .....	36
II.3.2.2 Caractérisation par IR .....	37
A) Amidon.....	37
B) Chitosane .....	38
Références Bibliographiques.....	40

### **Chapitre III : Synthèses et caractérisations des composites**

III.1 Introduction .....	41
III.2 Produits et matériels utilisées .....	41
III.3 Synthèse des composites .....	42
III.3.1 Composite argile/amidon .....	42
III.3.2 Composite argile/chitosane .....	43
III.4 Caractérisation des composites .....	44
III.4.1 Caractérisation des composites par DRX.....	44
A) Argile/amidon .....	44
B) Argile/chitosane .....	45
III.4.2 Caractérisation des composites par IR .....	46
A) Argile/amidon .....	46
B) Argile/chitosane .....	47
Conclusion générale .....	48

## **Liste des abréviations**

**DRX** : Diffraction de rayons X

**IRTF** : Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier

**PLA** : Acide Polylactique

**PHA** : Polyhydroxyalcanoate

**PHB** : Poly3-hydroxyvalérate

**PHBV** : Poly (3-hydroxybutyrat-co-hydroxyvalérate).

**PCL** : Polycaprolactone

**PFA** : Perfluoroalkoxy

**AIPEA** : Association Internationale pour l'étude des argiles

**CMS** : Content Management System

**CEC** : Capacité d'échange cationique

**Q** : Quartz

**Il** : Illite

**Ka** : Kaolin

## Liste des figures

<b>Figure I.1 : Schéma illustratif d'un matériau composite.....</b>	<b>4</b>
<b>Figure I.2 : Classification des biocomposites.....</b>	<b>5</b>
<b>Figure I.3 : Représentation de l'élaboration de composite par polymérisation in-situ.....</b>	<b>6</b>
<b>Figure I.4 : Représentation d'élaboration des nanocomposites par mélange en solution.....</b>	<b>7</b>
<b>Figure I.5 : Représentation de l'élaboration de composites à l'état fondu.....</b>	<b>7</b>
<b>Figure I.6 : Sources des biopolymers.....</b>	<b>9</b>
<b>Figure I.7 : Classification des biopolymers.....</b>	<b>10</b>
<b>Figure I.8 : Structure de l'amidon.....</b>	<b>12</b>
<b>Figure I.9 : structure de chitosane.....</b>	<b>13</b>
<b>Figure I.10 : Structure des minéraux argileux.....</b>	<b>15</b>
<b>Figure I.11 : Structure de l'illite.....</b>	<b>18</b>
<b>Figure I.12 : Représentation schématique des différentes morphologies des nanocomposites polymère/argile.....</b>	<b>20</b>
<b>Figure II. 1 : Argile brute.....</b>	<b>30</b>
<b>Figure II. 2 : Organigramme représentant activation d'ARI.....</b>	<b>31</b>
<b>Figure II. 3 : Argile traité.....</b>	<b>31</b>
<b>Figure II. 4 : Spectre DRX d'argile.....</b>	<b>32</b>
<b>Figure II. 5 : Spectre IR d'argile traité.....</b>	<b>34</b>
<b>Figure II. 6 : Amidon utilise.....</b>	<b>34</b>
<b>Figure II. 7 : Chitosane utilise.....</b>	<b>35</b>
<b>Figure II. 8 : Spectre DRX de l'amidon.....</b>	<b>36</b>
<b>Figure II. 9 : Spectre DRX de chitosane.....</b>	<b>37</b>
<b>Figure II. 10 : Spectre IR de l'amidon.....</b>	<b>38</b>
<b>Figure II. 11 : Spectre IR de chitosane.....</b>	<b>39</b>
<b>Figure III.1 : Protocole de synthèse du composite argile/amidon.....</b>	<b>42</b>
<b>Figure III.2 : Protocole de synthèse du composite argile/chitosane.....</b>	<b>43</b>
<b>Figure III.3 : Spectres DRX de composite argile/amidon.....</b>	<b>44</b>
<b>Figure III.4 : Spectres DRX de composite argile/chitosane.....</b>	<b>45</b>
<b>Figure III.5 : Spectres IR de composite argile/amidon.....</b>	<b>46</b>
<b>Figure III.6 : Spectres IR de composite argile/chitosane.....</b>	<b>47</b>

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1 : Teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques.....</b>	<b>11</b>
---	-----------

## Résumé

Dans ce travail, nous avons élaboré des matériaux composites hybrides à base d'une argile algérienne contenant l'illite associée à des biopolymères de type polysaccharide : le chitosane et l'amidon. Les composites chitosane/argile et amidon/argile ont été synthétisés par un simple mélange utilisant l'argile préalablement traitée. Les caractérisations structurales des composites et leurs matériaux de départ ont été réalisées par diffraction de rayons X (XRD) et spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Les résultats obtenus montrent l'obtention des nouveaux composites suite aux interactions chitosane-argile et amidon-argile.

**Mots clés :** Biocomposite, Biopolymère, Chitosane, Amidon, Illite.

## Abstract

The present work focuses on the synthesis of biocomposite based on algerien treated clay and starch/chitosan polysaccharide biopolymers by solution mixture method. The structural features of the obtained composites as well as the natural materials were investigated through X-ray diffraction and FTIR spectroscopy.

The results confirmed the formation of new composites, as results of interactions between chitosan, starch and clay.

**Key words:** Biocomposite, Biopolymer, Chitosan, starch, Illite.

## الملخص

في هذا العمل طورنا نوعا من المواد المركبة الهجينة المكونة من طين ايليت جزائري و بوليمرات حيوية متعددة السكريد ( شيتوزان و اميدون). في هذا السياق تم تصنيع مركبات طين/شيتوزان و طين/اميدون بمزيج بسيط بعد معالجة الطين

تم إجراء التوصيفات التفصيلية للمركبات و الكواشف الاولية بواسطة حيود الاشعة السينية DRX و التحليل الطيفي للاشعة تحت الحمراء IR-FT أظهرت النتائج الحصول على مركبات جديدة ذات خصائص هامة. اي انه كان هناك تفاعل بين الشيتوزان و الاميدون و الطين

**الكلمات المفتاحية :** مركب حيوي، بيوبوليمر، شيتوزان، اميدون، ايليت.

---

# **Introduction Générale**

---

# INTRODUCTION GENERALE

---

Le concept de combinaison de deux composants naturels dissemblables pour créer de nouveaux matériaux aux propriétés améliorées n'est pas nouveau. De plus, la demande sans cesse croissante de matériaux plus performants a contraint l'humanité à rechercher en permanence des combinaisons intrigantes de constituants aux propriétés complémentaires qui une fois combinés, produisent des caractéristiques souhaitables et essentielles. Ces matériaux appelés composites, font actuellement partie des matériaux les plus recherchés, tant du point de vue des utilisations industrielles que de la recherche universitaire et scientifique [1].

De nos jours, la création de matériaux entièrement fabriqués à partir de ressources renouvelables attire de plus en plus de scientifiques et d'hommes d'affaires pour diverses raisons [2] :

- Sur le plan économique, l'épuisement des ressources en combustibles fossiles et la hausse des prix du pétrole ont suscité l'intérêt pour les technologies bio-sourcées.
- Sur le plan environnemental : le développement de matériaux biodégradables permettrait de réduire l'utilisation des plastiques, qui sont extrêmement dangereux pour l'environnement en raison de leur durabilité et du coût élevé du recyclage des déchets.

En raison de leur remarquable capacité à combiner un certain nombre de caractéristiques, de leur légèreté relative, de leur faible coût et de leur simplicité de mise en œuvre, les matériaux polymères sont aujourd'hui largement utilisés. Néanmoins, plusieurs additifs ont été ajoutés à la matrice polymère pour créer des composites hybrides (organiques/inorganiques) afin d'accroître des caractéristiques particulières telles que la stabilité thermique et mécanique [3].

L'utilisation des biopolymères dans l'industrie tel que domaine médical, l'emballage le secteur automobile, l'électronique et la construction est très commune. Parmi ces polymères, on peut citer l'amidon et le chitosane. Ces polymères sont issus des sources naturelles renouvelables. Ils possèdent des propriétés intéressantes qui les rendent très appréciés par les industriels [4].

Les argiles sont parmi les candidats appropriés en raison de leur abondance naturelle et leurs propriétés structurales. Elles sont utilisées comme renfort dans les polymères afin d'améliorer les propriétés de ces derniers [5].

# INTRODUCTION GENERALE

---

Dans ce contexte, notre travail portera sur la synthèse et la caractérisation d'un composite biopolymère / argile, cette étude va comprendre trois principaux chapitres :

- ✓ **Le premier chapitre** est consacré à une étude bibliographique sur les biopolymères, plus particulièrement l'amidon et le chitosane, sur les biocomposites et sur les argiles principalement l'illite
- ✓ **Le deuxième chapitre** sera consacré à la présentation des matériaux de départ et les techniques de caractérisations à savoir la diffraction de rayons X DRX et spectroscopie infrarouge FT IR.
- ✓ **Le troisième chapitre** est consacré à la description du protocole expérimental utilisé pour la synthèse des différents composites suivi des caractérisations de ces derniers par diffraction de rayons X DRX et spectroscopie IRTF.

Une conclusion générale sera donnée à la fin du mémoire et par laquelle nous récapitulerons succinctement les différents travaux entrepris dans ce mémoire et mettrons en valeur les principaux résultats obtenus.

# **CHAPITRE I**

## **Etude bibliographique**

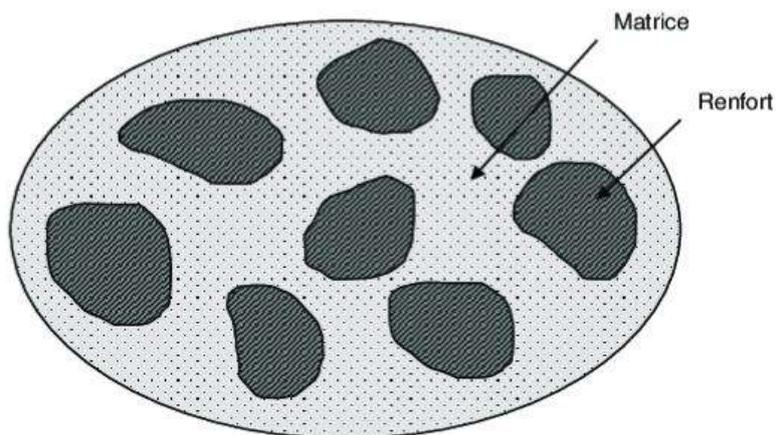
## I.1 Les biocomposites

### I.1.1 Historique

Les matériaux composites sont un concept relativement nouveau dans l'histoire de l'humanité. Mais ces matériaux semblent exister depuis très longtemps, bien que sous une forme différente de celle qui a été popularisée depuis le 20<sup>ème</sup> siècle [6]. Les briques composées d'un mélange de paille et de boue sont les matériaux composites les plus élémentaires. Au cours de l'histoire, les sociétés ont souvent utilisé des mélanges qui rappellent les matériaux composites. Par exemple, en Mésopotamie, vers le troisième millénaire, le bitume était fortifié avec de la paille hachée et utilisé pour imperméabiliser les sols et les coques de bateaux. Le mortier romain est une autre option ; il se compose de chaux éteinte, d'eau et de sable auxquels sont ajoutés des tuiles ou des galets concassés pour la solidité. Ces combinaisons sont faites pour produire des matériaux ayant de meilleures caractéristiques [7].

### I.1.2 Matériau composite

Les renforts et la matrice sont deux des nombreuses étapes qui composent un matériau composite (**figure I.1**). Il ne peut y avoir de glissement ou de séparation de phase lorsque le matériau composite n'est pas endommagé, car les renforts et la matrice sont correctement reliés. Des fibres continues ou irrégulières peuvent être utilisées comme renfort. Le but du renforcement est de s'assurer que la résistance mécanique aux efforts fonctionne comme prévu. Afin de disperser les contraintes mécaniques, la matrice assure la cohésion des renforts entre eux. L'orientation et la disposition des fibres permettent de renforcer les qualités mécaniques de la structure [8].



**Figure I.1** : schéma illustratif d'un matériau composite.

### I.1.3 Définition de biocomposite

Les biocomposites (composites biodégradables) sont une catégorie particulière de matériaux composites [9]. Un matériau sera dit « biocomposite » s'il possède au moins un élément biodégradable parmi sa matrice et son renfort. On fera donc la différence entre un matériau biocomposite entièrement biodégradable, constitué d'un renfort et d'une matrice biodégradables, et un composite partiellement biodégradable, possédant soit une matrice soit un renfort biodégradable [10].

On peut distinguer trois catégories de biocomposites [11] :

- Biocomposites à matrice synthétique et renfort naturel.
- Biocomposites à matrice naturelle et renfort synthétique.
- Biocomposites à matrice et renfort naturels.

La classification des biocomposites est présentée sur la **figure I.2** suivante :

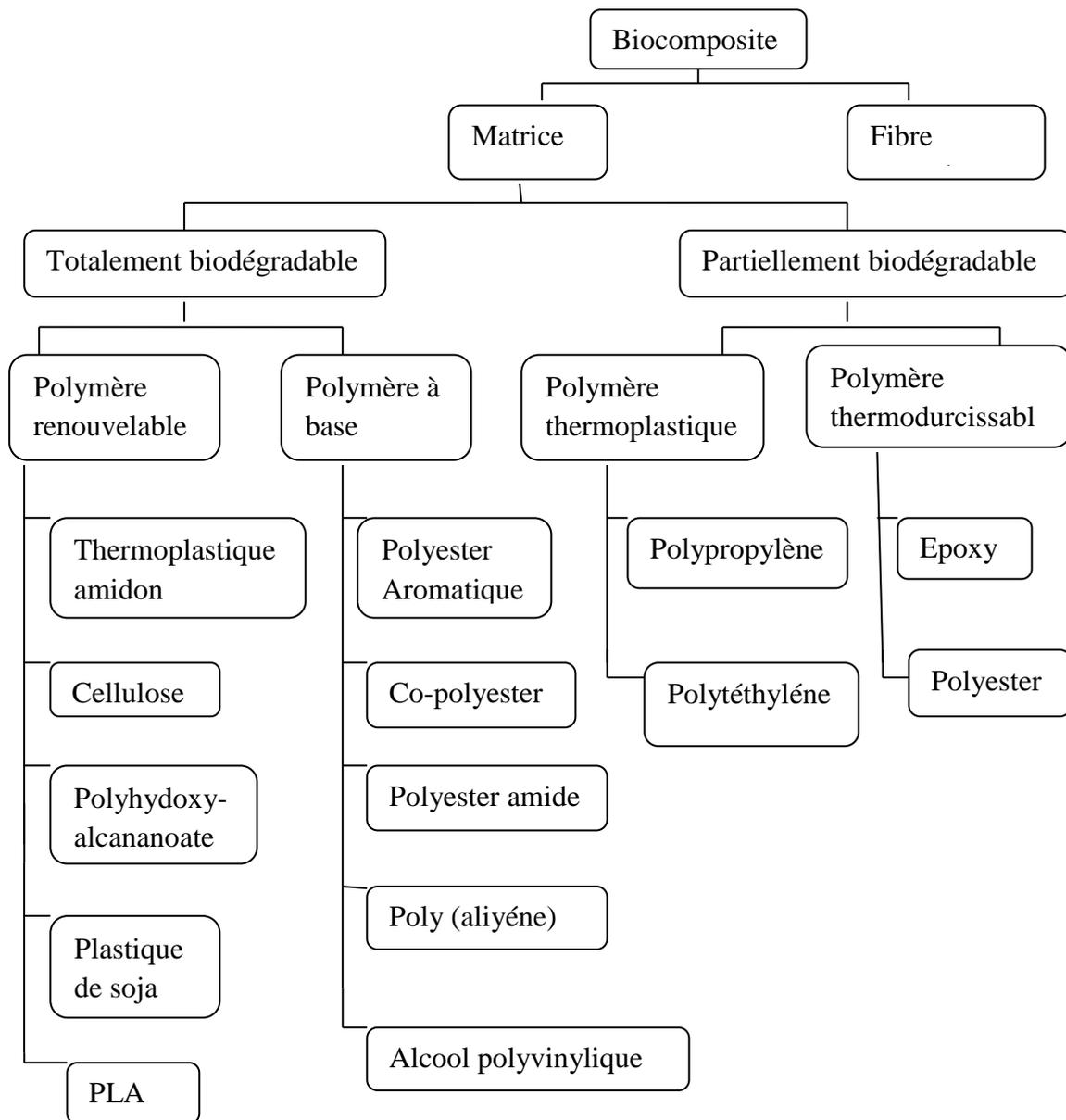


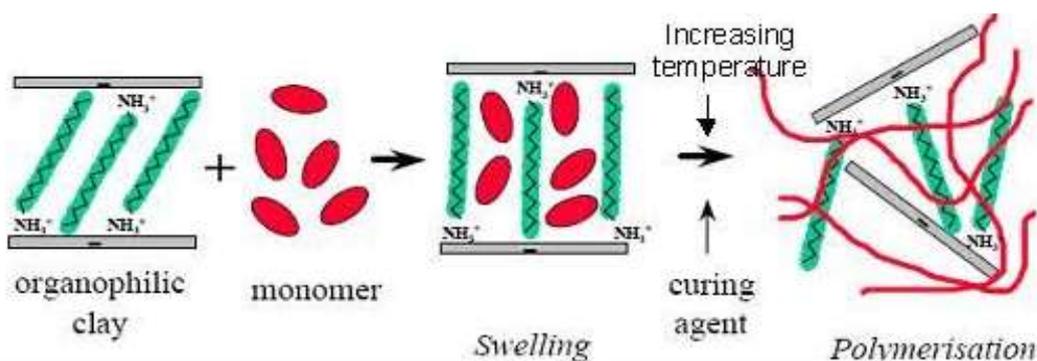
Figure I.2 : classification des biocomposites [12].

### I.1.4 Les méthodes de synthèse

Les méthodes de synthèse sont divisées en trois groupes selon les matériaux de départ et les procédés de synthèse :

### I.1.4.1 Polymérisation in-situ

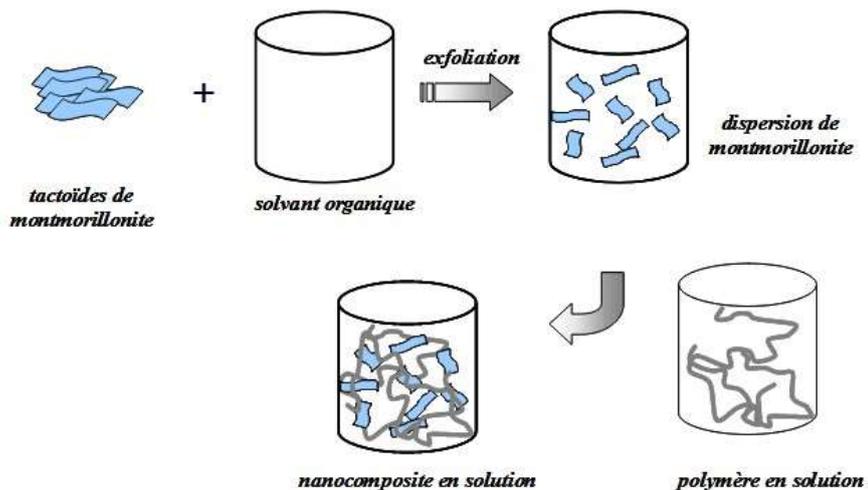
Le monomère liquide, qui peut être liquide ou en solution, est additionné à l'argile afin de le faire gonfler. La polymérisation est alors amorcée à l'intérieur des galeries, soit chimiquement par l'ajout initial d'un initiateur à l'argile, soit thermiquement par chauffage ou rayonnement (**figure I.3**). Afin de faciliter la pénétration des monomères, l'argile est fréquemment traitée pour améliorer son affinité pour les molécules organiques et augmenter la distance interfoliaire [13].



**Figure I.3** : Représentation de l'élaboration de composite par polymérisation in-situ [14].

### I.1.4.2 Mélange en solution

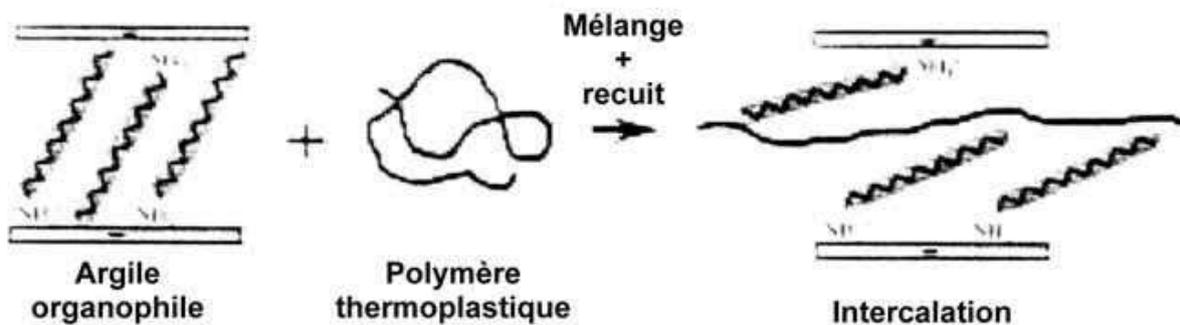
Dans ce processus, le polymère et l'argile peuvent être mélangés dans un solvant en raison de leur solubilité dans ce solvant particulier. Le solvant est utilisé pour permettre le gonflement et l'exfoliation de l'argile. Le polymère est ajouté ensuite à la suspension argileuse. Les molécules de polymère adhèrent ensuite aux feuillets d'argile. Le solvant s'évapore mais reste confiné à l'intérieur des galeries d'argile (**figure I.4**). Cette approche présente des inconvénients car elle aboutit souvent à une morphologie intercalée et consomme beaucoup de solvant [15].



**Figure I.4:** Représentation d’élaboration des nanocomposites par mélange en solution [16].

**I.1.4.3 Mélange à l’état fondu**

L’approche industrielle la plus intrigante consiste à mélanger de l’argile modifiée ou non modifiée avec du polymère, car elle évite le processus de production du polymère. Elle propose de pétrir manuellement le mélange tout en chauffant l’ensemble jusqu’à ce que le polymère fonde (**figure I.5**). Dans le cas d’une combinaison, le mélange est créé au-dessus du point de fusion du polymère ou des deux polymères. Vaia et al ont décrit cette procédure d’élaboration pour la première fois en 1997 [17]. C’est la technique la plus économique et la plus écologique, car elle ne demande pas l’utilisation de solvant.



**Figure I.5:** représentation de l’élaboration de composites à l’état fondu [14].

## I.1.5 Les propriétés de biocomposite

De nombreux projets de recherche visent à développer des biocomposites dotés de propriétés mécaniques élevées. Toutefois, en raison de l'imaturité des biopolymères, de la variabilité des propriétés des fibres et des difficultés de traitement des composites, leurs performances ont été limitées, ce qui les empêche de rivaliser avec les matériaux composites synthétiques conventionnels. Cependant, les avantages environnementaux indéniables des biocomposites ont stimulé de nouvelles tentatives de création de nouveaux matériaux ainsi que de définition et d'amélioration des caractéristiques des matériaux biocomposites déjà créés. Grâce à ces progrès constants, le secteur des biocomposites devrait être prospère, écologiquement inoffensif et économiquement stable [18].

Parmi ces propriétés :

- Propriétés mécaniques ;
  - Performance mécanique : rigidité moyenne-élevée et excellente résistance aux chocs.
  - Propriétés de déformation.
  - Stabilité dimensionnelle.
- Isolation acoustique ;
- Légèreté ;
  - Réduction de l'épaisseur et du poids.
- Respect de l'environnement ;
  - Utilisation de ressources naturelles et locales.
  - Réduction de l'empreinte carbone.
  - Réduction de la toxicité des matériaux.
  - Fin de vie (biodégradabilité / recyclabilité).
- Fabrication ;
  - Excellente thermoformabilité.
  - Réduction des coûts énergétiques de production.
  - Réduction des coûts.
- Esthétique [19].

**I.1.6 Les applications de biocomposite**

Généralement, les biocomposites ont de bonnes propriétés mécaniques et thermiques qui dépendent fortement des constituants utilisés. Les bioplastiques peuvent être utilisés dans différentes applications, nous citons quelques-unes :

- Le secteur des emballages : sous forme d'emballage alimentaire, sacs-poubelles, sacs de caisse, sacs fruits et légumes, couverts, gobelets, boîtes etc.
- Produits d'hygiène et cosmétiques : des bioplastiques peuvent être incorporés dans des produits variés : cotons-tiges, couches et produits d'hygiène.
- Applications agricoles : utilisés comme de films de paillage biodégradables, pots de culture, agrafes pour les plantes et comme sacs à compost.
- Secteur automobile : les bioplastiques peuvent aussi servir de composant pour des pneumatiques de véhicules ou entrer dans la fabrication de pièces automobiles.
- Applications diverses : des applications à durées de vie variables, sont également disponibles, comme des liens de parachutes, des manches de couteaux suisses, des coques de téléphone [20].

**I.2 Biopolymères****I.2.1 Définition**

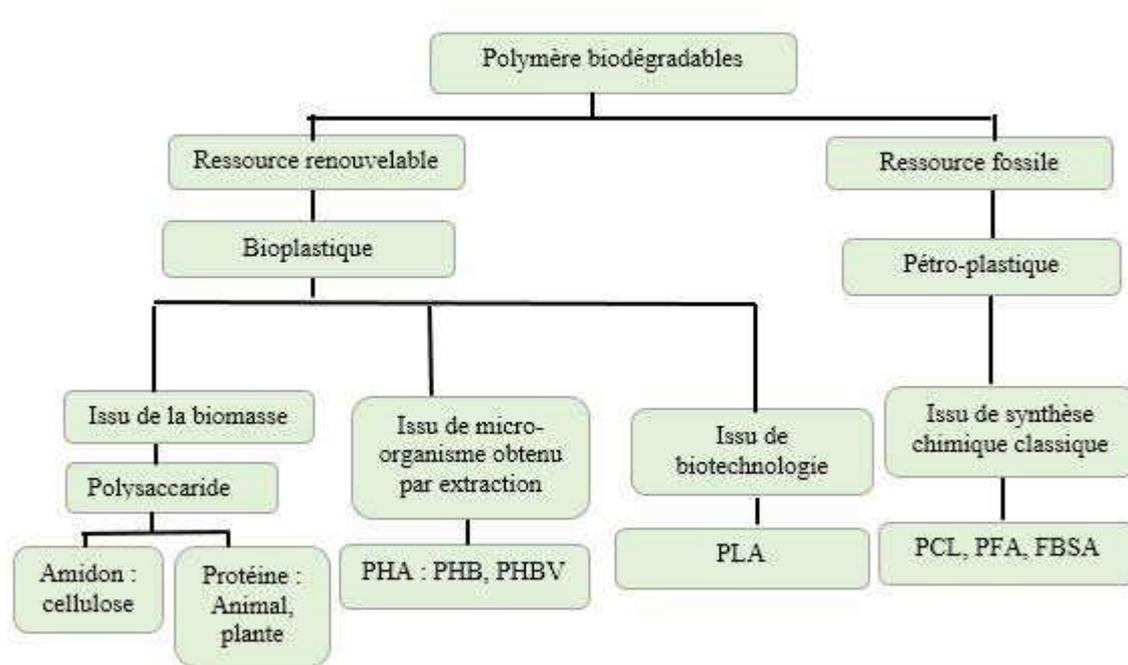
Sont des macromolécules qui se forment dans la nature au cours du cycle de croissance de tous les organismes vivants.



**Figure I.6:** sources des biopolymères.

### I.2.2 Les types des biopolymères (polymères naturels)

Les biopolymères sont composés d'espèces vivantes ou mortes telles que des bactéries, des algues, des champignons, etc. Ils sont aussi majoritairement composés de polysaccharides comme le chitosane et l'amidon [21] comme décrit dans la **figure I.7**.



**Figure I.7** : classification des biopolymères.

Il existe plusieurs types des biopolymères tels que :

#### I.2.2.A Les polysaccharides

Les polysaccharides sont la famille de biopolymères la plus courante et la plus utilisée. Ils entrent dans la composition de la plupart des cellules (plantes, animaux et micro-organismes). Les plus connus sont l'amidon et le chitosane [22].

##### A.1 l'amidon

L'amidon est un polysaccharide semi-cristallin naturel de plus en plus intéressant pour les utilisations alimentaires et non alimentaires que l'on rencontre dans des végétaux. Les principales sources de production sont les pommes de terre, les céréales et le riz [23, 24].

### A.1.1 Composition de l'amidon

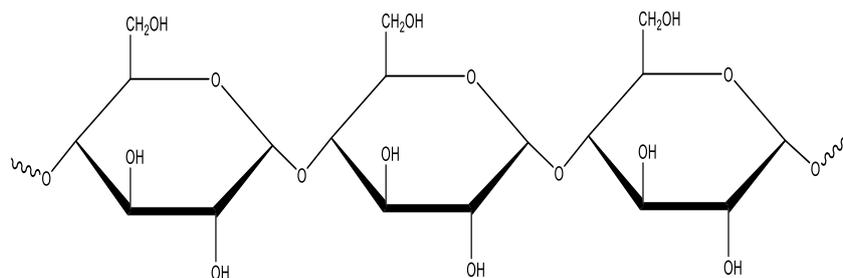
Après extraction et purification des organes de réserve des végétaux supérieurs, l'amidon se présente sous la forme d'une poudre blanche insoluble dans l'eau froide. Selon l'origine végétale, cette poudre est composée d'unités microscopiques, appelées granules d'amidon, d'un diamètre de 2 à 100  $\mu\text{m}$ . Les granules d'amidon ont une structure sphérique avec une orientation radiale moyenne des deux principaux composants macromoléculaires, l'amylose et l'amylopectine [25]. L'amidon contient généralement 20 à 25 % d'amylose et 75 à 80 % d'amylopectine [26] (tableau I.1) :

**Tableau I.1** : teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques [26].

Source botanique	Amylose (%)	Amylopectine (%)
Mais	28	72
Pomme de terre	21	79
Blé	28	72
Mais cireux	0	100
Amylomais	50-80	50-20
Riz	17	83
Pois	35	65
Manioc	17	83

### A.1.2 Structure de l'amidon

L'amylose est composé d'un réseau linéaire d'unités de maltose qui sont répétées environ 300 fois pour le former soluble dans l'eau avec un degré moyen en nombre de polymérisation supérieur à 100, donc l'amylose est composée d'au moins 100 unités de glucose liées. L'amylopectine est également composée d'unités de maltose, mais la structure est ramifiée, il est composé de centaines de chaînes, ce qui le rend insoluble dans l'eau [27].



**Figure I.8:** structure de l'amidon.

### A.1.3 Cristallinité d'amidon

Les granulés d'amidon d'origine végétale, selon leur origine botanique et leur composition (rapport amylose/amylopectine, longueur des branches d'amylopectine), présentent deux types de diagrammes de diffraction des rayons X associés à deux polymorphes cristallins : type A dans les amidons de céréales, type B dans les amidons de tubercules et à haute teneur en amylose. Il a été rapporté qu'un autre polymorphe (type C) affecte positivement la qualité de l'amidon [28].

### A.1.4 Propriétés physico-chimiques de l'amidon

L'amidon, comme tout autre produit, possède des propriétés physiques uniques dans lesquelles plusieurs facteurs jouent un rôle [29].

- Effet de la température : L'amidon ne se dissout pas dans l'eau. En revanche, à haute température (70°C), il forme une solution colloïdale qui s'épaissit en un gel communément appelé amidon. La gélification commence progressivement à 50°C, mais prend ensuite effet à des températures qui dépendent de l'agitation moléculaire, de la taille des particules, du type d'amidon, de l'eau utilisée et de la concentration en amidon.
- Effet stabilisant : puisqu'il s'épaissit à une température plus basse que la coagulation du jaune d'œuf. Les crèmes aux œufs contenant de l'amidon peuvent être portées à ébullition.
- Effet thermique : la dextrinisation modifie la couleur et la saveur de l'amidon.
- Action thermique et enzymatique : les acides provoquent une hydrolyse partielle de l'amidon pour former des dextrans. Le gel formé sera plus fin. Cette hydrolyse est

accélérée par élévation de la température. L'amidon peut également être sollicité par des enzymes telles que des enzymes végétales, animales (amylase) ou microbiennes.

### A.1.5 Application de l'amidon

Les utilisations de l'amidon sont diverses et variées dans de nombreux domaines de l'industrie non alimentaire, tels que la fabrication du papier, les produits pharmaceutiques, les cosmétiques et les textiles. Ces dernières années, il est également devenu une matière première intéressante pour l'industrie comme la production de plastiques biodégradables et production de bioéthanol comme carburant [23].

### A.2 Le chitosane

Le chitosane est une substance d'origine naturelle, non toxique, comestible et biodégradable. Obtenu par désacétylation de la chitine, il est considéré comme le biopolymère le plus répandu dans la nature après la cellulose [30]. La chitine et le chitosan ont les mêmes structures chimiques. Ils sont formés de chaînes linéaires de groupes acétylglucosamine, la seule différence étant le faible nombre de groupes acétyle dans le chitosane [30]. Le chitosane a une structure répétée de  $\beta$ -D-glucosamine liée (1,4) avec une valeur  $pK$  apparente de 6,5. Les produits commerciaux sont traditionnellement composés de 80 % de bêta-D-glucosamine et de 20 % de N-acétyl-bêta-D-glucosamine [31] (figure I.9).

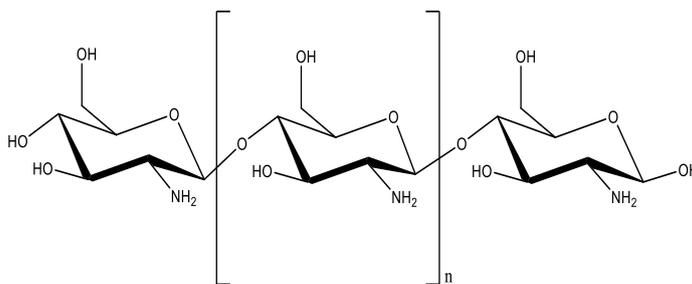


Figure I.9 : structure de chitosane.

#### A.2.1 Les sources de chitosane

Le chitosane est rare dans la nature. Signalé uniquement en Exosquelettes de certains insectes tels que Termite Queen et à l'intérieur du mur classe spécifique de cellules champignons, zygomycètes [32].

### **A.2.2 Cristallinité de chitosane**

La cristallinité est également un paramètre important car elle peut contrôler un certain nombre de propriétés, telles que l'accessibilité aux sites internes des chaînes polymères, les propriétés de gonflement dans l'eau ou encore les propriétés de diffusion. Le chitosane est généralement un matériau semi-cristallin. La cristallinité est généralement déterminée par diffraction de rayons X [33].

### **A.2.3 Propriétés et applications du chitosane**

Le chitosane possède de nombreuses propriétés biologiques bénéfiques, telles que l'activité antibactérienne, la biocompatibilité : ce qui correspond à la capacité d'un matériau à provoquer la réponse biologique appropriée pour une application particulière au sein d'un organisme sans provoquer d'effets toxiques ou nuisibles sur le système biologique, la biodégradabilité, l'activité hémostatique et les propriétés curatives, et par conséquent, une grande attention est accordée à leurs applications biomédicales. En raison de ces propriétés uniques, le chitosane et ses dérivés ont été proposés pour des applications biomédicales, alimentaires, agricoles, biotechnologiques et pharmaceutiques [34].

## **I.3 Les Argiles**

### **I.3.1 Généralité et Définition**

L'argile a longtemps été une matière première pour certaines industries. Le terme argile comprend une variété de minéraux, et les experts ont tendance à parler d'argiles (au pluriel) ou de minéraux argileux. Selon AIPEA et CMS pour distinguer clairement les termes ``minéral argileux`` et ``argile`` [35].

- Le terme "minéraux argileux" fait généralement référence aux minéraux silicatés, Il se caractérise par une structure stratifiée (groupe de phyllosilicates).
- Le terme « argile » fait référence à un matériau naturel (roche) composé principalement de minéraux argileux liés à d'autres minéraux non dérivés.

Pour les besoins de cette étude, nous définissons l'argile comme une matière première minérale plastique à l'état humide. Il est composé majoritairement de minéraux argileux

(appartenant à la famille des phyllosilicates) avec une granulométrie moyenne relativement fine ( $< 2 \mu\text{m}$ ).

### I.3.2 Structure des minéraux argileux

Les argiles sont constituées de minéraux qui contiennent des phyllosilicates ou des aluminosilicates dans leurs particules [36]. La structure (**figure I.10**) peut être représentée comme un arrangement bidimensionnel de deux types de formes géométriques : les octaèdres et les tétraèdres [37]. La couche d'octaèdres : Au centre de l'octaèdre se trouvent des ions aluminium ( $\text{Al}^{3+}$ ) ou magnésium ( $\text{Mg}^{2+}$ ) équidistants des six groupes hydroxyle ( $\text{OH}^-$ ) aux sommets. La couche des tétraèdres : Il y a quatre ions oxygène ( $\text{O}^{2-}$ ) aux sommets du tétraèdre chacun entourant un ion silicium ( $\text{Si}^{4+}$ ) à intervalles réguliers. Ensemble, ces tétraèdres forment une couche tétraédrique. Les couches d'octaèdres et de tétraèdres se connectent après le plan en regroupant O et OH, ce qui donne une structure de feuillets séparés par des espaces interfoliaires [38].

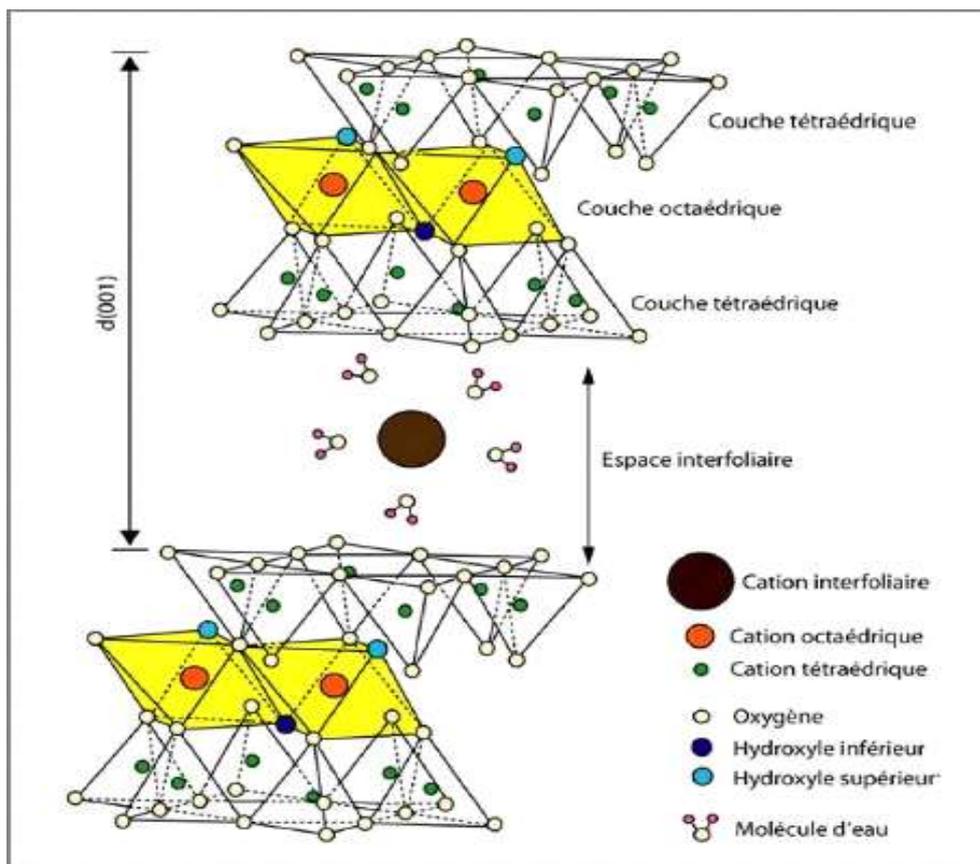


Figure I.10: Structure des minéraux argileux.

### I.3.3 Classification des minéraux argileux

- **Minéraux de type 1/1 (T-O) :** Ils sont constitués de couches tétraédriques et octaédriques. La distance entre les couches est d'environ 7Å. Le principal minéral argileux représentant de cette famille est la kaolinite.
- **Minéraux de type 2/1 (T-O-T) :** sont constitués de deux couches de silice tétraédriques et d'une couche d'aluminium octaédrique, mais cette couche octaédrique a une composition différente selon l'argile, il faut donc distinguer deux types : le premier est dioctaédrique, comme la montmorillonite, le second est un groupe de trois vermiculite de type octaédrique comme l'illite. La distance interfoliaire est d'environ 10 Å.
- **Minéraux de type 2/1/1 (T-O-T-O) :** Ce groupe est constitué d'un type (2/1) et d'une couche octaédrique interfoliaire. La distance interfoliaire est d'environ 14 Å, exemple le chlorite [39].

### I.3.4 Les propriétés des argiles et domaine d'application

Le rôle de l'argile dans le biotope est important car c'est l'un des composants les plus importants de la croûte terrestre et possède de nombreuses propriétés très importantes, Spécialement [40] :

- Capacité à se disperser/s'agréger et à former des colloïdes.
- Capacité d'échange cationique importante.
- Adsorption de nombreux composés organiques et inorganiques.
- propriétés de gonflement.

Par conséquent, dans notre vie quotidienne l'argile a une large gamme d'utilisations : À l'état brute, Après cuisson à plus de 1000°C, l'utilisation principale est la fabrication de céramiques (porcelaine, poterie, etc.), aussi L'argile est utilisée dans l'industrie du papier, les produits Cosmétique, industrie pharmaceutique (fabrication des médicaments: tels que Smecta et Bedelix) [41].

**I.3.5 Traitement des argiles****I.3.5.1 Activation des argiles**

Dans plusieurs industries, comme la production de produits pharmaceutiques et la purification de l'eau contaminée, l'argile joue un rôle crucial, par exemple dans l'adsorption de molécules organiques nocives [42].

L'argile est soumise à un traitement thermique et chimique pendant l'activation afin d'améliorer ses caractéristiques d'adsorption [43]. Généralement à l'aide d'acide forts comme l'acide sulfurique. En réalité, il existe de nombreuses recherches sur l'activation de la montmorillonite. Pendant le traitement :

- (i) Les ions  $H^+$  remplacent les cations dans l'espace interfoliaire.
- (ii) L'aluminium de la couche octaédrique se dissout en même temps que le silicium de la couche tétraédrique lorsque les cations structurels se dissolvent.
- (iii) Le traitement de l'argile montmorillonite purifiée naturelle avec de l'acide minéral chaud est connu pour conférer une acidité de surface à l'argile, ce qui améliore ses propriétés d'adsorption et de catalyse [44].

**I.3.6 Illite****I.3.6.1 Définition**

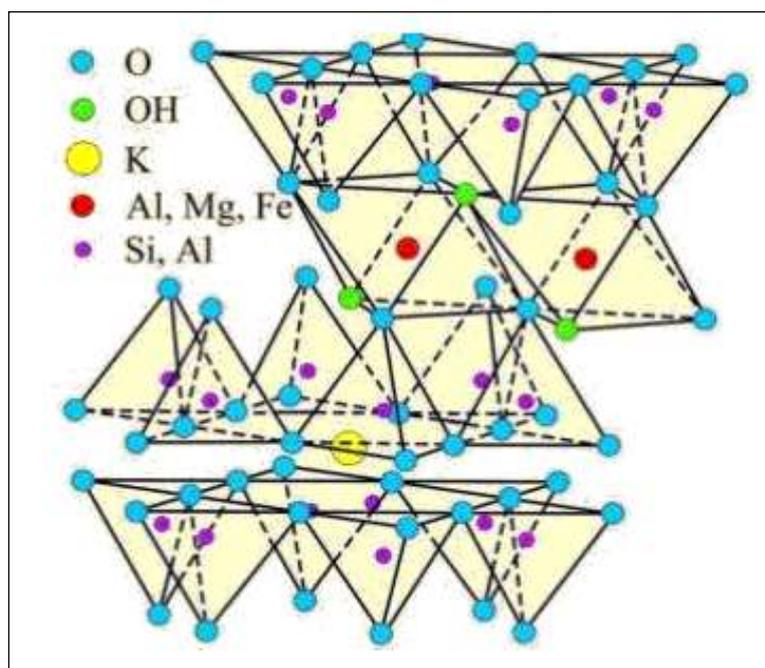
C'est aux États-Unis, sous le nom d'Illinois, où elle a été examinée, que le mot « illite » est apparu pour la première fois. Sa composition est riche en calcium (14 %), pauvre en magnésium (9 %) et riche en fer. Elle a un pouvoir d'adsorption modeste et un pouvoir d'absorption décent de l'ordre de 25 % de son poids. Les qualités de cette argile, que l'on trouve dans le nord de la France, sont reconnues [38]. L'illite, un mica non gonflant, est du type T/O/T, dans lequel les silices des couches tétraédriques sont toujours remplacées en partie par des alumines. Les cations de potassium se trouvent dans les couches intermédiaires de l'illite [38].

**I.3.6.2 Structure**

Les illites sont des micaschistes hydratés de type 2/1. En d'autres termes, une feuille de base d'illite est composée de trois couches : une couche tétraédrique, une couche

octaédrique et une couche tétraédrique (TOT). Sa formule théorique est  $(\text{Si}_{(4-x)}\text{Al}_x)\text{Al}_2\text{O}_{10}(\text{OH})_2\text{K}_x$  [38].

L'équidistance basale stable de l'illite est de 10 Å. Elle substitue fréquemment  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  ou  $\text{Fe}^{3+}$  à  $\text{Si}^{4+}$ , et les ions  $\text{K}^+$  de la région interfoliaire équilibrent généralement les imperfections de charge du réseau qui représenté dans la **figure I.11**. Quel que soit le niveau d'hydratation, ces cations garantissent la liaison ionique des couches voisines et empêchent la formation de la lacune du réseau à 10 Å [45]. La capacité d'échange cationique CEC de l'illite est entre 20 et 30meq/g [46].



**Figure I.11** : Structure de l'illite.

### I.3.6.3 Propriétés et applications de l'argile illitique

- **Absorbant** : réagit comme une éponge et laisse l'eau chargée de toxines et les gaz l'imprégner.
- **Adsorbant** : le bloc d'argile humide a la capacité de retenir à sa surface gaz et toxines, il réagit un peu comme un sparadrap.
- **Reminéralisante, purifiante, régénérant, antiseptique** : les agents pathogènes sont évacués ou détruits).

- **Détoxiquant, cicatrisante** : favorise la guérison des plaies par activation de la coagulation et la régénération des tissus.
- **Antalgique, anti-congestive, anti-inflammatoire, adoucissante**: neutralise des nombreux microbes (bactéries, virus...), toxines... entravant la prolifération des agents pathogènes tout en épargnant les éléments restructurifs [47].

#### **I.4 Les différents types de composites argile/polymère**

Trois types de nanocomposites peuvent être obtenus avec des argiles dans une matrice polymère dépendant de la nature des constituants utilisés (**figure I.12**) :

##### **I.4.1 Microcomposite**

Le polymère n'est pas intercalé entre les couches de l'argile. Les phases sont séparées non miscibles et on retrouve en général les propriétés des microcomposites.

##### **I.4.2 Nanocomposite intercalé**

Une (ou parfois plusieurs) chaîne de polymère est intercalée entre les couches de l'argile. Le résultat est une structure inorganique lamellaire relativement ordonnée et dilatée.

##### **I.4.3 Nanocomposite exfolié**

Ce sont des structures délaminées où les couches de l'argile sont complètement et uniformément réparties dans la matrice polymère. La délamination a pour effet de maximiser les interactions polymère/argile augmentant considérablement la surface de contact et créant les propriétés spécifiques de ce type de Nanocomposites [48].

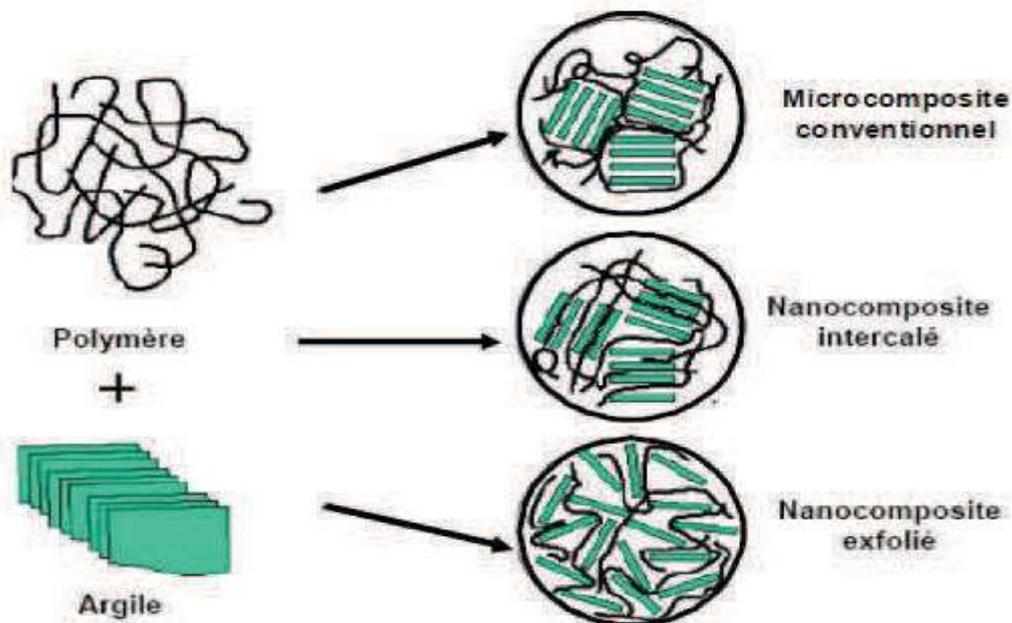


Figure I.12 : Représentation schématique des différentes morphologies des Nanocomposites argile/polymère.

## I.5 Matériaux composite à base argile/amidon

### I.5.1 Introduction

Les nanocomposites polymère/argile attirent de plus en plus l'attention dans le domaine de la recherche en nanotechnologie. Les propriétés améliorées des argiles confèrent aux polymères vierges une importance primordiale dans l'industrie moderne des polymères [49]. Ainsi, Parmi les polymères naturels, l'amidon est considéré comme l'un des candidats prometteurs pour l'avenir. Surtout, grâce à une combinaison attrayante de disponibilité, de prix et de performances [50].

### I.5.2 Application

- Utiliser comme charge pour la fabrication du papier [51].
- Emballage alimentaire [52].
- Utiliser pour élimination du colorant bleu brillant (X-BR) en solution [53].

### I.5.3 Propriétés

- ✓ L'obtention d'un niveau élevé de dispersion d'argile dans la matrice polymère.

- ✓ L'excellente dispersion de la montmorillonite dans la matrice augmente la surface d'interaction entre l'amidon et l'argile et facilite le transfert des contraintes vers la phase de renforcement.
- ✓ Cette combinaison conduit à un module et une résistance améliorés sans diminution de l'allongement à la rupture.
- ✓ L'ajout d'argile pour former des nanocomposites peut améliorer la stabilité des produits à base d'amidon pendant le transport et stockage [54].

## **I.6 Matériaux composites à base d'argile/chitosane**

### **I.6.1 Introduction**

Ces dernières années, de nombreuses études ont été réalisées pour évaluer les avantages de l'ajout d'argile aux polymères biodégradables [55]. Ainsi, le développement des (nano)composites au cours des deux dernières décennies est devenu plus ouvert perspectives d'amélioration des propriétés des biomatériaux, La dispersion des charges est un point clé pour les propriétés finales du matériau. En général, les composites présentent souvent des améliorations significatives des propriétés mécaniques et thermiques. Parmi les (nano) composites, les matériaux d'argile polymère génèrent beaucoup d'intérêt, Dans ce domaine, l'utilisation de l'argile comme nanocharge se justifie par ses propriétés physico-chimiques [56].

Les nanocomposites sont des matériaux innovant composés d'au moins deux composants : une matrice et un renfort [57].

### **I.6.2 Application**

- Fonctionne comme adsorbant pour les métaux lourds tels que le plomb (Pb) et le cadmium (Cd) [58].
- Application de billes biocomposites d'argile de chitosane Élimination des métaux lourds et des colorants des eaux usées industrielles [59].
- En tant que nouveau support vert pour l'immobilisation covalente des enzymes alimentaires [60].

### **I.6.3 Propriétés**

- ✓ Une surface qui contient de nombreux groupes fonctionnels hautement actifs.

- ✓ Interactions électrostatiques entre les types d'adsorbat et les types de chitosan à compression préférentielle.
- ✓ Le composite se compose d'une résistance et d'une stabilité thermiques et mécaniques très élevées.

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1]DAHMANI, Khadidja et BAH, Fatima Zahra. Synthèse et caractérisation d'un matériau composite : argile-amidon. 2018. Thèse de doctorat. Université ibn khaldoun-tiaret.
- [2]BORDES, Perrine, POLLET, Eric, et AVÉROUS, Luc. Nano-biocomposites : biodegradable polyester/nanoclaysystems. *Progress in Polymer Science*, 2009, vol. 34, no 2, p. 125-155.
- [3]HABI, Abderrahmane et FAHEM, Idir. Etude de la biodégradation des mélanges PBAT/PLA et de leurs nano composites ternaires PBAT/PLA/Argiles. 2016. Thèse de doctorat. Université de bejaia.
- [4]BENDOUMIA, Ibtissam et ZIANE, Maroua. Préparation des microsphères à base d'amidon-chitosane : Etude et caractérisation.2018. Mémoire de master. Université de SAAD DAHLEB-BLIDA.
- [5]DOMENECH, Trystan. Structure et propriétés de nanocomposites polypropylène/argile lamellaire préparés par mélange à l'état fondu. 2012. Thèse de doctorat. L'École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [6]BAIARDO, Massimo, FRISONI, Giovanna, SCANDOLA, Mariastella, et al. Thermal and mechanical properties of plasticized poly (L-lactic acid). *Journal of Applied Polymer Science*, 2003, vol. 90, no 7, p. 1731-1738.
- [7]HAMACHE, Nabil et AITBRAHAM, Amine. Etude des propriétés physico-mécaniques des bio-composites poly (acide lactique) /farine de caroube. 2022. Mémoire de master. Université a. Mira de Bejaia.
- [8]LAURENT, GORNET. Généralités sur les matériaux composites. 2008. Ecole d'ingénieur.
- [9]BORCHANI, KaramaElfehri. Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa. 2016. Thèse de doctorat. Université de Lyon ; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie).
- [10]LEPETIT, Amaury. Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène. 2017. Thèse de doctorat. Université du Québec à Trois-Rivières.

[11]IDRES, Celia. Elaboration et caractérisation de biocomposites à base de polyesters bactériens renforcés de fibres d’Aloe Vera. 2019. Mémoire de master. Université A. MIRA DE BEJAIA.

[12]ILYAS, R. A., SAPUAN, S. M., HARUSSANI, M. M., et al. Polylacticacid (PLA) biocomposite : Processing, additive manufacturing and advanced applications. *Polymers*, 2021, vol. 13, no 8, p. 1326.

[13]HIKOSAKA, M. Y., PULCINELLI, Sandra Helena, SANTILLI, CelsoValentim, et al. Montmorillonite (MMT) effect on the structure of poly (oxyethylene)(PEO)–MMT nanocomposites and silica–PEO–MMT hybridmaterials. *Journal of non-crystallinesolids*, 2006, vol. 352, no 32-35, p. 3705-3710.

[14]DI MAIO, Ernesto, IANNACE, Salvatore, SORRENTINO, Luigi, et al. Isothermalcrystallization in PCL/clay nanocomposites investigatedwith thermal and rheometricmethods. *Polymer*, 2004, vol. 45, no 26, p. 8893-8900.

[15]DE MONREDON-SENANI, Sophie. Interaction Organosilanes/Silice de précipitation Du milieu hydro-alcoolique au milieu aqueux. 2004. Thèse de doctorat. Université Pierre et Marie Curie-Paris VI.

[16]HIBON, Ségolène. Elaboration de formulations Polyuréthane/Nanocharges minérales : Influence des charges sur la synthèse des prépolymères. 2006. Thèse de doctorat. Université de Clermont Ferrand.

[17]LINCOLN, D. M., VAIA, R. A., WANG, Z.-G., et al. Secondary structure and elevatedtemperaturecrystallitemorphology of nylon-6/layered silicate nanocomposites. *Polymer*, 2001, vol. 42, no 4, p. 1621-1631.

[18]Cutter et Gillian, Andrea. Development and characterization of renewable resource-structural composite materials. 2008.Thèse de doctorat . Centre Universitaire San Diego Electronic.

[19]CARUS, Michael, EDER, Asta, DAMMER, Lara, et al. Wood-plastic composites (WPC) and natural fibre composites (NFC). Nova-Institute : Hürth, Germany, 2015, vol. 16.

[20]Maghchiche A. Characterisation of Esparto Grass Fibers Reinforced Biodegradable Polymer Composites. *Biosci Biotechnol Res Asia* 2013;10(2).

[21]SAMIRA, Guendouz. Biosorption des colorants textiles, Ecarlate Solophényl BNLE et Vert Cibacron par la biomasse sèche de lentilles d'eau. 2015. Thèse de doctorat. Université Badji Mokhtar.

[22]MOKRANI, Nadir. Préparation et étude du comportement de membranes bio polymères alginate de sodium/chitosane. 2013. Mémoire de magister, Université de Boumerdes.

[23]BAHRANI, Seyed Amir. Modification des propriétés physico-chimiques de l'amidon par procédés hydrothermiques : Contribution à l'étude des transferts couplés chaleur-masse. 2012. Thèse de doctorat. Université de La Rochelle.

[24]NOUANI, Dehbia. Etude des polymères biodégradables. 2016. Mémoire de Master. Ecole Nationale Polytechnique.Alger.

[25]BOUKERKOUR, Zohir. Synthèse de bioplastique à partir de l'amidon (Synthèse bibliographique). 2022. Mémoire de master. Université Echahid Hamma Lakhdar D'el-oued.

[26]WERTZ, Jean-Luc. L'amidon et le PLA : deux bio-polymères sur le marché. Note de synthèse. 2011. Document FARR-Wal.

[27]BADAOU, Fouzia. Comportement rhéologique de solutions de bio polymères application au chitosane, au poly (vinyle alcool) et à leurs mélanges. 2012. Thèse de doctorat. Université de Boumerdès-M'hamedBougara.

[28]LOPEZ-RUBIO, Amparo, FLANAGAN, Bernadine M., GILBERT, Elliot P., et al. A novel approach for calculating starch crystallinity and its correlation with double helix content : A combined XRD and NMR study. Biopolymers : Original Research on Biomolecules, 2008, vol. 89, no 9, p. 761-768.

[29]CHAIMA, Mohemmed Yahiaoui. Elimination d'un colorant par adsorption sur l'amidon. 2021. Thèse de doctorat. Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi de Bordj Bou Arréridj.

[30]BEN DHIEB, Fatma. Développement et caractérisation de films biodégradables à base d'acide polylactique et de chitosane. 2014. Mémoire de Master. Université Laval Canada.

[31]LEE, Kuen Yong, JEONG, Lim, KANG, Yun Ok, et al. Electrospinning of polysaccharides for regenerative medicine. *Advanced drug delivery reviews*, 2009, vol. 61, no 12, p. 1020-1032.

[32]DESBRIERES, Jacques. Chitine et chitosane. *Actualite Chimique*, 2002, no 11/12, p. 39-44.

[33]ZOUAOU, Fares, BOUROUINA-BACHA, Saliha, BOUROUINA, Mustapha, et al. Electrochemical sensors based on molecular lyimprinted chitosan : A review. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 2020, vol. 130, p. 115982.

[34]YEN, Ming-Tsung, YANG, Joan-Hwa, et MAU, Jeng-Leun. Antioxidant properties of chitosan from crabshells. *Carbohydrate polymers*, 2008, vol. 74, no 4, p. 840-844.

[35]DIATTA, Marthe Tatiana. Matières premières argileuses du Sénégal : caractéristiques et applications aux produits céramiques de grande diffusion. 2016. Thèse de doctorat. Université de Limoges.

[36]AMIROUCHE, Leila. Etude du pouvoir de sorption du cuivre (II), du Zinc (II) et des polyphénols par les bentonites sous l'effet des irradiations micro-ondes. 2011. Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammeri-Tizi Ouzou.

[37]REINHOLDT, Marc X. Synthèse en milieu fluoré et caractérisation de phyllosilicates de type montmorillonite. Etude structurale par spectroscopies d'Absorption des Rayons X et de Résonance Magnétique Nucléaire. 2001. Thèse de doctorat. Université de Haute Alsace-Mulhouse.

[38]KEBLI, Fatiha et BENAÏSSA, Ahlem. Synthèse et Caractérisation des Composites par Polymérisation in-Situ de l'Aniline chargé d'Argile et de la Cellulose. 2019. Mémoire de master. Université BELHADJ BOUCHAÏB D'AÏN-TEMOUCHENT.

[39]BAZIZ, Meriem. Syntheses et caracterisations de nanocomposites polyaniline-sépiolite. 2010. Thèse de Magister. Université des Sciences et de la Technologie d'Oran «Mohammed Boudiaf».

[40]GUEROU, Zohra. Etude comparative d'un matériau composite à base de deux types d'argiles l'une naturelle et l'autre activée. 2020. Thèse de doctorat. Université ibn khaldoun-tiaret.

[41]KARA, Zahra. Elimination d'un micropolluant organique par une argile brute et modifiée. 2019. Thèse de doctorat. Université Mohamed BOUDIAF de M'Sila.

[42]GOMRI, Fatima. Synthèses et caractérisations d'argiles cationiques et anioniques organophiles. Elimination des chlorophénols. 2018. Thèse de doctorat. Université FERHAT ABBAS- SETIFUFAS ALGERIE.

[43]DALI-YOUCHEF, Zohra, BOUABDASSELEM, Hassiba, et BETTAHAR, Nourredine. Élimination des composés organiques par des argiles locales. Comptes Rendus Chimie, 2006, vol. 9, no 10, p. 1295-1300.

[44]TYAGI, Beena, CHUDASAMA, Chintan D., et JASRA, Raksh V. Determination of structural modification in acidactivated montmorillonite clay by FT-IR spectroscopy. Spectrochimica Acta Part A : Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2006, vol. 64, no 2, p. 273-278.

[45]REYES, Carlos Alberto Ríos ; FIALLO, Luz Yolanda Vargas. Application of illite-and kaolinite-richclays in the synthesis of zeolites for waste water treatment. Earth and Environmental Sciences, 2011, 15 : 363-374.

[46]DRAOU, Nardjes et NEBATI, Fadela.. Stabilisation des sols gonflants. 2016.Thèse de doctorat. Université SOUK AHRAS.

[47]<http://www.cfaitmaison.com/sante/argile.html>,23/09/2020.

[48]ILLAİK, Abdallah. Synthèse et caractérisation de nanocompositespolymères / hydroxydesdoubles lamellaires (HDL). 2008. Thèse de doctorat. Université blaise pascal.

[49]MADHUMITHA, G., FOWSIYA, J., MOHANA ROOPAN, S., et al. Recentadvances in starch–clay nanocomposites. International Journal of PolymerAnalysis and Characterization, 2018, vol. 23, no 4, p. 331-345.

[50]WILHELM, H.-M., SIERAKOWSKI, M.-R., SOUZA, G. P., et al. Starch films reinforcedwithmineralclay. Carbohydrate polymers, 2003, vol. 52, no 2, p. 101-110.

[51]YOON, Se-Young et DENG, Yulin. Clay–starch composites and their application in papermaking. Journal of AppliedPolymer Science, 2006, vol. 100, no 2, p. 1032-1038.

[52]GUPTA, Preeti, DAS, S. S., et SINGH, N. B. Kaolinite-StarchbasedNano-Composites and Applications. *AdvAppl Micro Nano Clay Biopolym Compos*, 2022, vol. 125, p. 210-235.

[53]XING, Guoxiu, LIU, Shili, LIU, Quanwen, et al. Preparation and adsorption behavior for brilliantblue X-BR of the cost-effective cationicstarchintercalatedclay composite matrix. *Carbohydrate polymers*, 2012, vol. 87, no 2, p. 1447-1452.

[54]CHUNG, Yi-Lin, ANSARI, Seema, ESTEVEZ, Luis, et al. Préparation et propriétés des nanocomposites amidon-argile biodégradables. *Polymères glucidiques*, 2010, vol. 79, n° 2, p. 391-396.

[55]ESSABTI, Fatima. Mise en œuvre de nanocomposites à matrice chitosane pour renforcer l'imperméabilité aux gaz de films d'emballage alimentaire. 2018. Thèse de doctorat. Paris, ENSAM.

[56]MBEY, Jean Aimé. Films composites amidon de manioc-kaolinite: Influence de la dispersion de l'argile et des interactions argile-amidon sur les propriétés des films.2013.Thèse de Doctorat .Université de Lorraine, Lorraine.

[57]TASSADIT, BADAOU, MEDJAOUR, BENZIANE HABIBA Dr HAMMA Amel, et al. Étude des propriétés de nanocomposites thermoplastiques. 2015. Thèse de doctorat. Faculté des Sciences et Technologies.

[58]BIJANG, Catherina M., TANASALE, MFJDP, KELREY, Adhi G., et al. Preparation of Natural Ouw Clay-Chitosan Composite and Its Application as Lead and Cadmium Metal Adsorbent. *Indonesian Journal of Chemical Research*, 2021, vol. 9, no 1, p. 15-20.

[59]BISWAS, Shanta, RASHID, Taslim Ur, DEBNATH, Tonmoy, et al. Application of chitosan-clay biocomposite beads for removal of heavymetal and dyefromindustrial effluent. *Journal of Composites Science*, 2020, vol. 4, no 1, p. 16.

[60]CACCIOTTI, Ilaria, LOMBARDELLI, Claudio, BENUCCI, Ilaria, et al. Clay/chitosan biocomposite systems as novel green carriers for covalent immobilization of food enzymes. *Journal of MaterialsResearch and Technology*, 2019, vol. 8, no 4, p. 3644-3652.

# **Chapitre II :**

## **Méthodes et matériels utilisées**

## II.1 Introduction

Le principal objectif de cette étude consiste à la synthèse et la caractérisation d'un bio composite à base d'argile et bio polymère. Nous consacrons cette partie à exposer les méthodes de caractérisation utilisées dans ce travail, à savoir : la spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier (FTIR) et a diffraction de rayons X (DRX). Ensuite, nous entamerons la caractérisation des matériaux de départ utilisés dans la synthèse des composites →l'argile, l'amidon et le chitosane.

## II.2 Méthodes de caractérisation

### II.2.1 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une technique qui permet d'identifier les phases cristallines et fournit des informations la cristallinité et les paramètres cristallographiques. Sa théorie de fonctionnement est basée sur l'interaction d'un faisceau de rayons X d'une longueur d'onde donnée avec un atome ou un groupe d'atomes qui se répète de manière irrégulière dans les trois dimensions de l'espèce de réseau cristallin observé. Les rayons X de longueur d'onde  $\lambda$  est susceptible de se refléter sur les plans réticulaires déterminés par la loi de Bragg suivant un angle  $\theta$  [1, 2].

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin(\theta) \quad \text{Equation (II.1)}$$

Avec :

$n$  : ordre de réflexion

$\lambda$  : Longueur d'onde du rayon X.

$d_{hkl}$  : distance interréticulaire, h,k,l sont les indices de Miller

$\theta$  : demi-angle de diffraction

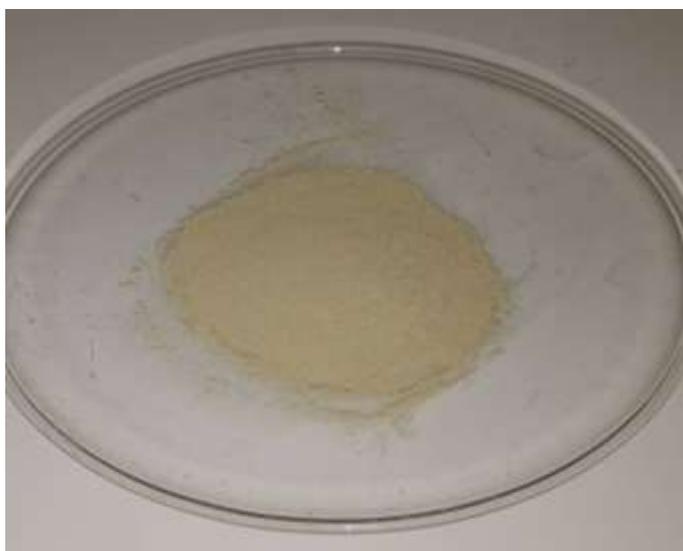
Les argiles ont été analysées par un diffractomètre de type Bruker AXS D8 en utilisant une anticathode en Cuivre ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ). Ces solides ont été balayés de  $2\theta=2^\circ$ -- $80^\circ$  avec un pas de  $0,02^\circ$  et avec un temps de comptage de 4 s par pas.

### II.2.2 Spectroscopie FT-IR

La spectroscopie infrarouge (FT-IR) (en anglais Fourier Transform Infrared Spectroscopy) est une technique analytique simple et rapide permettant de déterminer la présence de divers groupes fonctionnels. Permet de révéler de façon qualitative la structure chimique des matériaux organiques et inorganiques [3,4]. L'appareil utilisé est de type BRUKER dans l'intervalle de nombre d'onde [ $500-4000\text{ cm}^{-1}$ ]

### II.3 Matériaux de départ

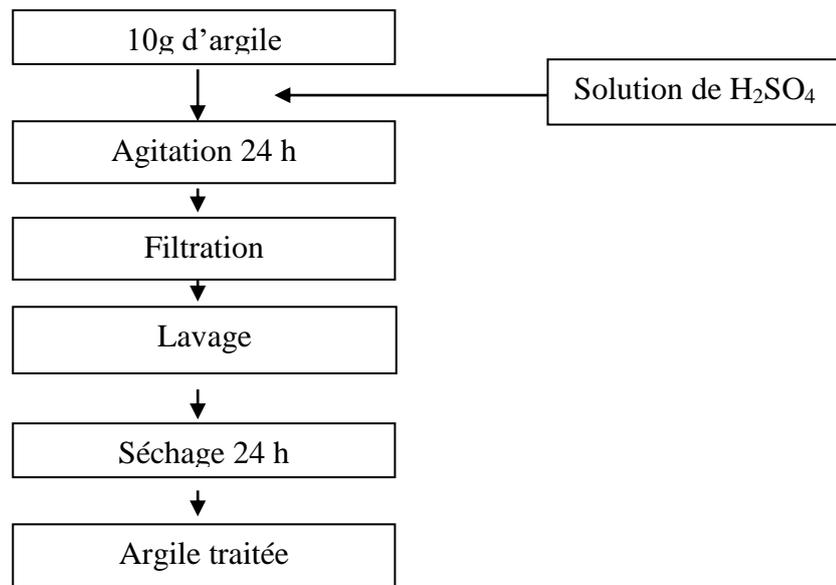
**II.3.1 Argile brute** l'argile utilisée dans cette étude a été prélevée du sud algérien : KENADSA-BACHAR (**figure II.1**).



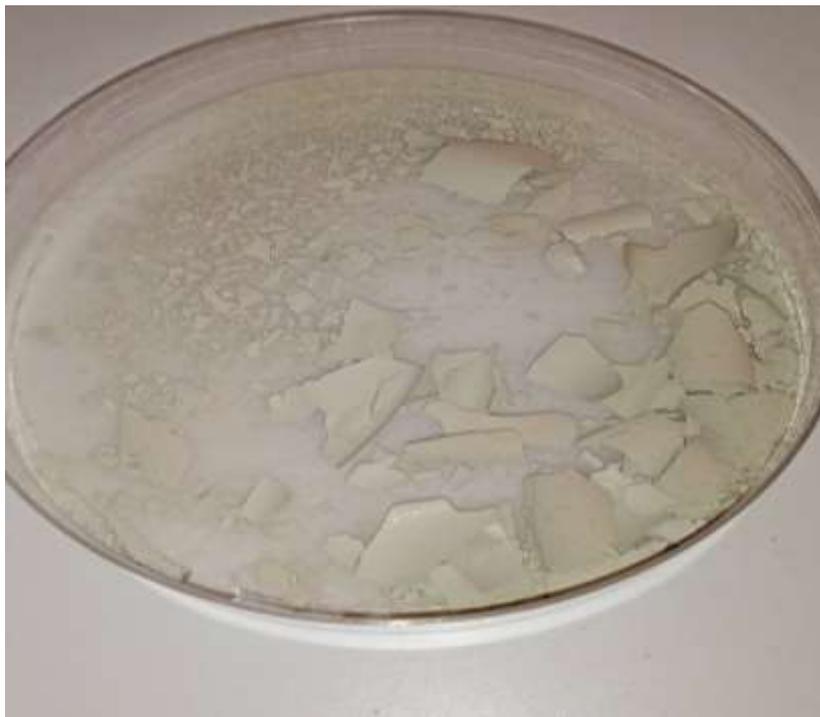
**Figure II.1** : Argile brute.

#### II.3.1.A Traitement d'argile

L'activation acide de l'argile brute a été effectuée selon l'organigramme expérimental suivant (**figure II.2**) : 10g d'argile a été dispersée dans une solution d'acide sulfurique. Le mélange est agité pendant 24h, filtré par centrifugation, lavé à l'eau distillée et séché à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  24 h (**figure II.3**).



**Figure II.2:** Organigramme représentant l'activation acide de l'argile.



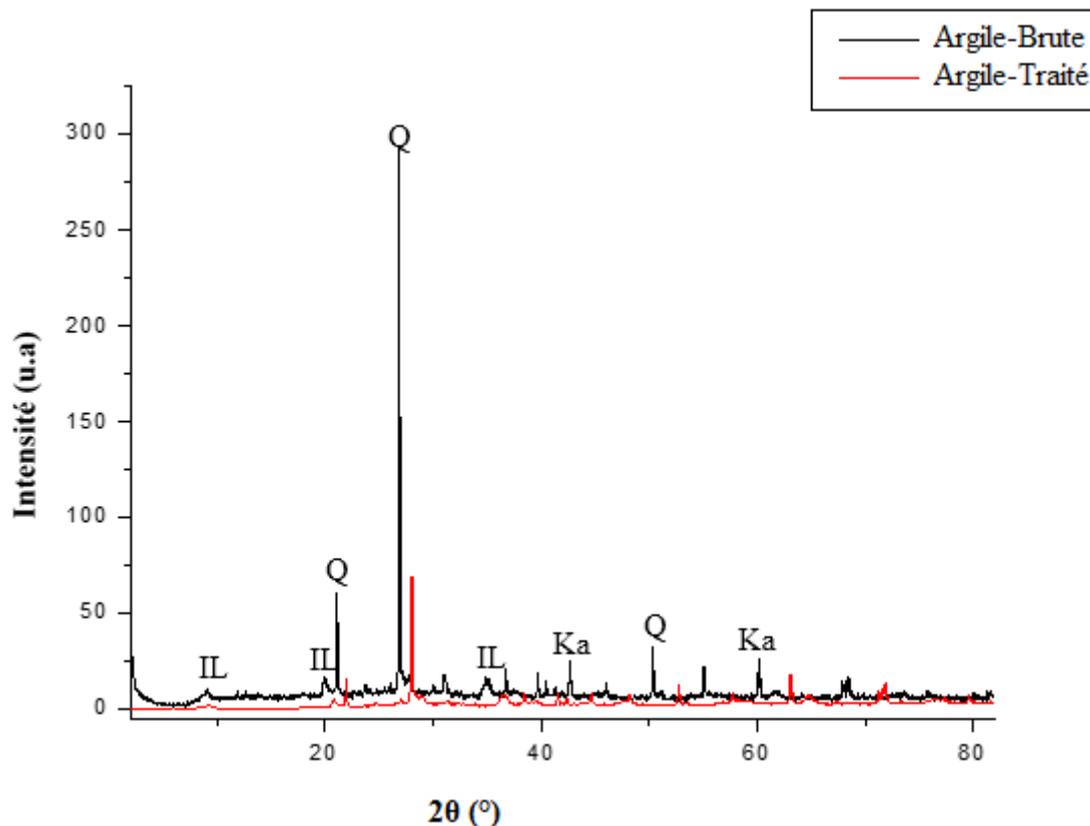
**Figure II.3 :** Argile traitée.

## II.3.1.1 Caractérisation d'argile par DRX

Les échantillons des argiles brute et traitée sont caractérisés par diffraction de rayons X, les diffractogrammes sont illustrés sur la **figure II.4**.

Le spectre DRX d'argile montre que l'échantillon est très riche en fraction argileuse essentiellement l'illite caractérisée par des pics à environ  $2\theta=8^\circ-20^\circ$  et  $35^\circ$ , et la kaolinite qui apparaît à  $2\theta=43^\circ$  et  $61,5^\circ$ . On constate également la présence du quartz avec des pics très intense à environ  $2\theta=22,3^\circ$  et  $26^\circ$ .

D'après le diffractogramme de l'argile traitée, l'activation d'acide montre une diminution des intensités des pics des impuretés tel que le quartz et provoque une perturbation de structure d'argile. En effet, on remarque un décalage des pics vers des valeurs de  $2\theta$  plus grand ce qui provoque une diminution de leurs distances inter réticulaires et par conséquent une exfoliation de la structure feuilletée argileuse.



**Figure II.4 :** Spectre DRX d'argile brute et traité.

### II.3.1.2 Caractérisation d'argile par IR

#### A. Argile brute

La figure suivante présente le spectre IR de l'argile brute, le spectre révèle la présence des bandes suivantes :

- Une bande s'étendant entre 1600-1700  $\text{cm}^{-1}$  Vibrations de valence attribuables aux groupes OH Constituant de l'eau, et la vibration combinée de l'eau adsorbée à 1646,2  $\text{cm}^{-1}$  [5].
- Une bande s'étendant entre 3200-3800  $\text{cm}^{-1}$ , à 3607,15  $\text{cm}^{-1}$  la vibration d'extension correspondant aux groupements OH interne [5].
- Une bande très intense et forte entre 900-1200  $\text{cm}^{-1}$  et centrée à 981,35  $\text{cm}^{-1}$  correspondant à la vibration de valence Liaison silicium-oxygène [5].

#### B. Argile traitée

D'après le spectre indiqué dans **la figure II.5** l'analyse par FT-IR ne relève pas de différences très significatives entre l'argile brute et traitée par l'acide sulfurique. On distingue une faible diminution de l'intensité de la bande centrée à 990  $\text{cm}^{-1}$  correspondants aux vibrations d'élongation des liaisons Si-O. On remarque également l'élargissement de la bande d'adsorption correspondant aux groupements hydroxyle OH située entre 3300 et 3600  $\text{cm}^{-1}$ .

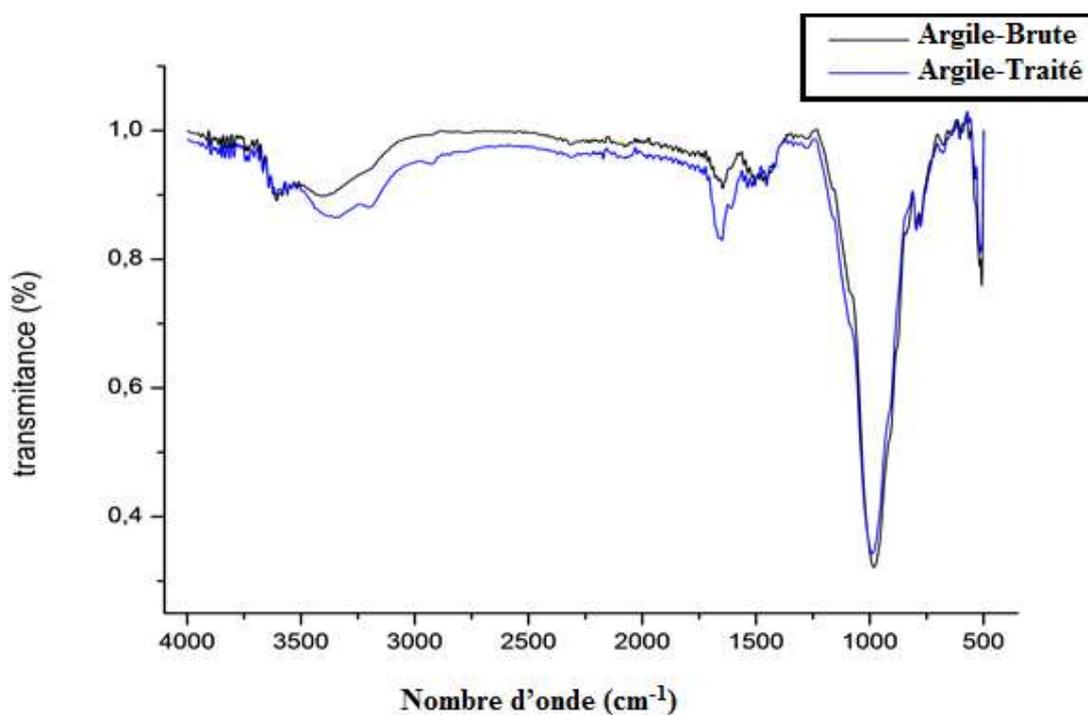


Figure II.5: Spectre IR d'argile Brute et traitée.

### II.3.2 Biopolymères utilisés

#### A) Amidon commercial

L'amidon est une poudre blanche, inodore. C'est un glucide complexe issu des végétaux.



Figure II.6: Amidon utilisé.

**B) Chitosane commercial**

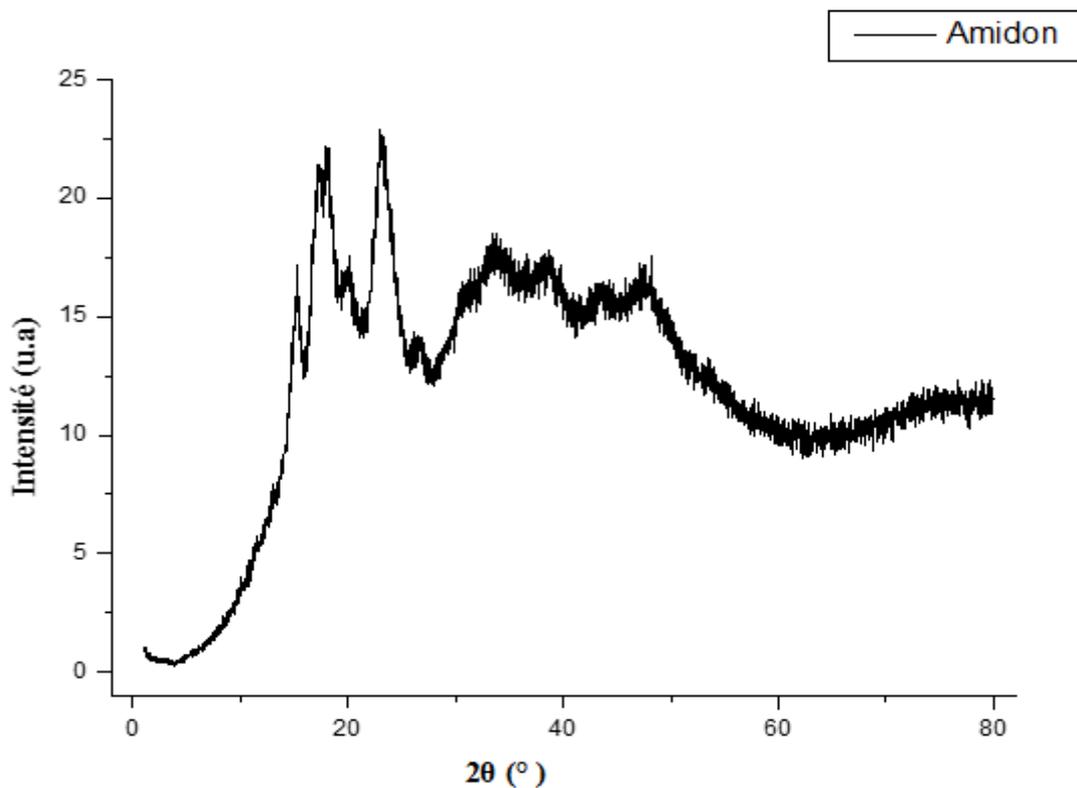
est une poudre inodore, sans saveur et de couleur blanche légèrement jaunâtre.



**Figure II.7:** Chitosane utilisé.

**II.3.2.1 Caractérisations des biopolymères par DRX****A) Amidon**

Le diffractogramme de l'amidon (**figure II.8**) se caractérise par la présence des pics qui apparaissent de  $2\theta = 15^\circ; 50^\circ$ . L'amidon est également un biopolymère semi-cristallin de structure cristalline de type A [6].



**Figure II.8:** Spectre DRX de l'amidon.

### B) Chitosane

Le diffractogramme du chitosane (**figure II.9**) se caractérise par une partie cristalline avec des pics de faible intensité aux positions de  $2\theta=18^\circ$  ;  $25^\circ$  ; environ  $40^\circ$ , ce qui caractérise un polymère semi-cristallin à faible cristallinité.

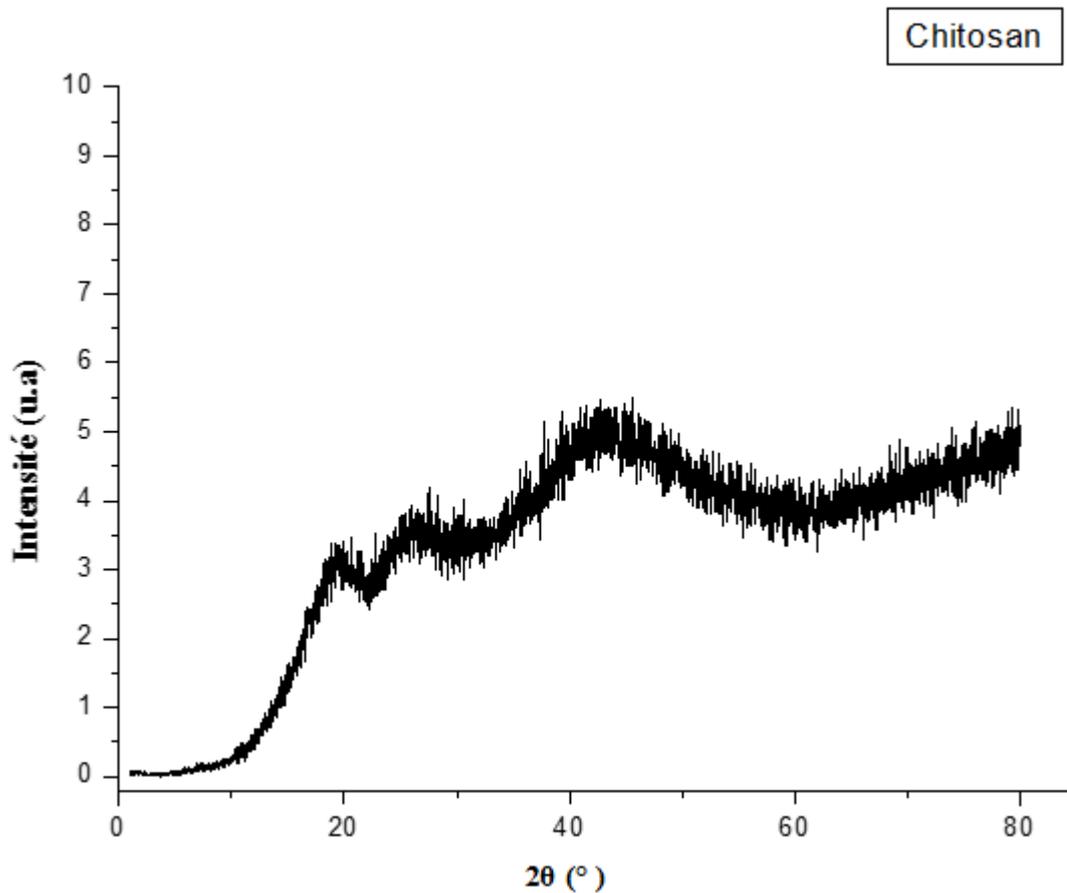


Figure II.9 : Spectre DRX de chitosane.

### II.3.2.2 Caractérisation par IR

#### A) Amidon

Le spectre IR de l'amidon est présenté sur (la **figure II.10**). On constate la présence d'une bande large entre  $3300$  et  $3600\text{ cm}^{-1}$  qui est attribué aux groupements hydroxyle OH inter et intramoléculaire de la molécule d'amidon. Une bande de faible intensité a  $2920\text{ cm}^{-1}$  relative à la vibration de liaison C-H symétrique de structure polysaccharide [7]. Le spectre IR d'amidon montre une bande à faible intensité situé à  $1600\text{ cm}^{-1}$  attribuée aux liaisons carbonyle C=O et à  $1000\text{ cm}^{-1}$  liaison C-O de carboxylate.

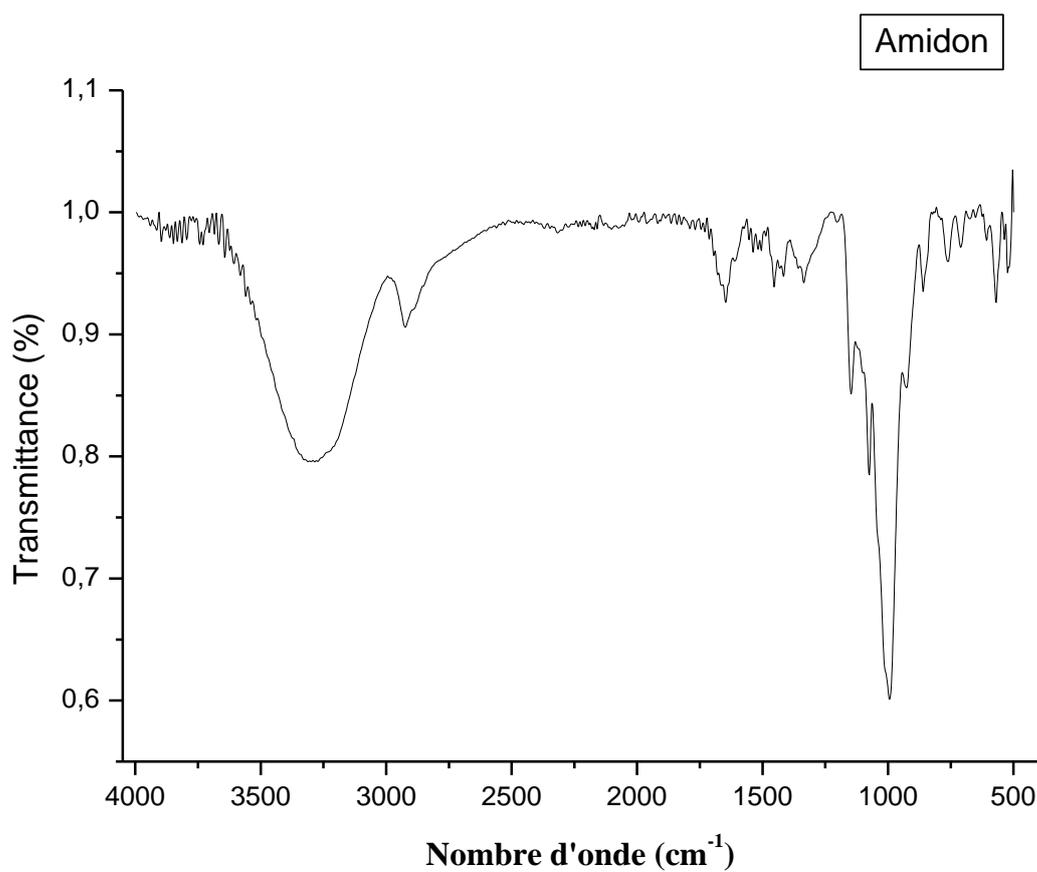


Figure II.10 : Spectre IR de l'amidon.

## B) Chitosane

La spectroscopie FT-IR a été utilisée pour évaluer les principaux groupements fonctionnels présents dans le chitosane. Dans la **figure II.11**, On remarque une bande forte située dans la région 3300 et 3600  $\text{cm}^{-1}$  correspond aux liaisons d'amine N-H et d'hydroxyle O-H ainsi qu'aux liaisons hydrogène intermoléculaires. Les bandes d'absorption à environ 2890 et 2900  $\text{cm}^{-1}$  peuvent être attribuées à la liaison de C-H asymétrique et/ou symétrique respectivement. On observe également une bande située à 1600  $\text{cm}^{-1}$  attribuée aux vibrations d'étirement du groupement C-O. En outre, la présence d'une bande d'une intensité élevée par rapport aux autres à 1100  $\text{cm}^{-1}$  est attribuée aux vibrations des liaisons C-O-C. Ces bandes sont les caractéristiques principales des polysaccharides.

Une autre bande centrée à  $988\text{ cm}^{-1}$  a été détectée caractéristique du groupement C=O. Les bandes à  $953\text{ cm}^{-1}$  et  $840\text{ cm}^{-1}$  peuvent provenir du groupe amine du chitosane [8].

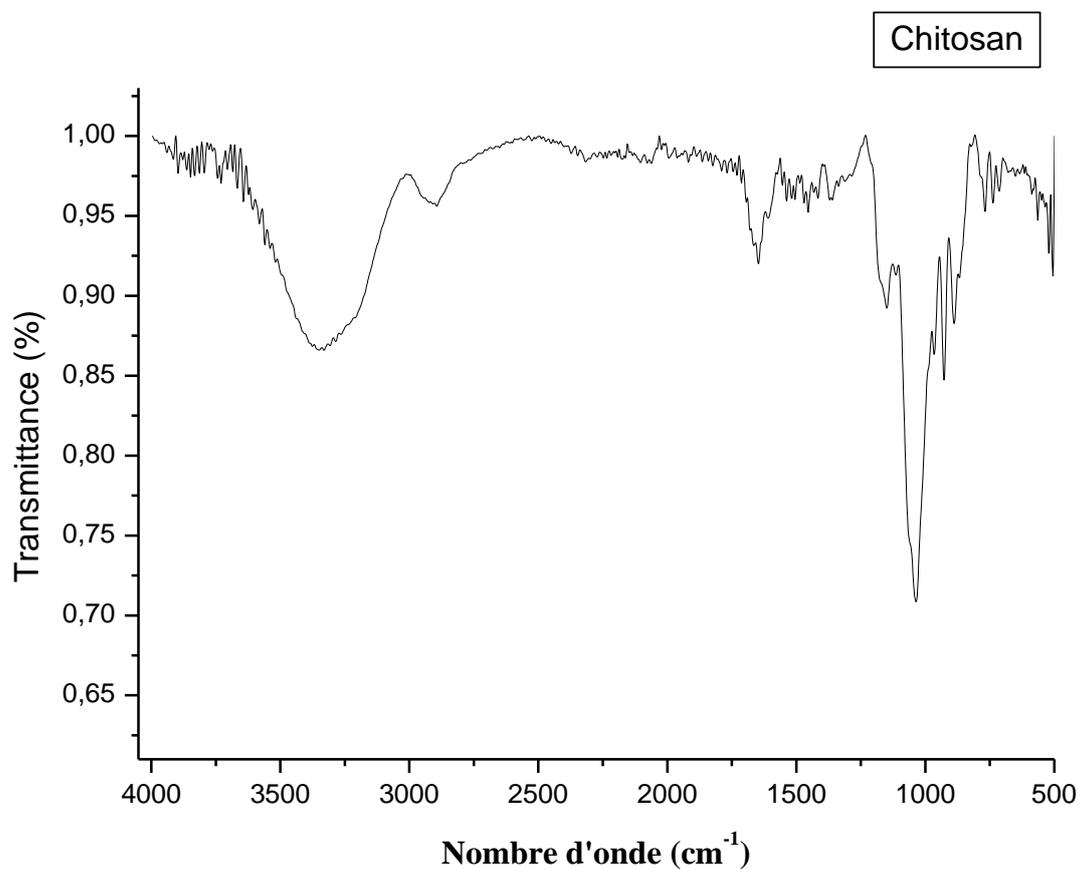


Figure II.11: Spectre IR de chitosane.

**Références Bibliographiques**

- [1] Brindley, G. W. and Brown, G. (1980) Crystal structures of clay minerals and their X-ray Identification. Mineralogical Society, Monograph **5**, London, p. 539.
- [2] Moore, D.M. and Reynolds Jr., R.C. (1997) X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals. 2 ed., University Press, Oxford, p. 241.
- [3] Farmer, V.C. (1974) the infrared spectra of minerals. Monograph **4**, Mineralogical Society, London.
- [4] FRINDY, Sana. Développement de nouveaux catalyseurs hétérogènes par modification de polymères issus de la biomasse. 2018. Thèse de doctorat. Universitat Politècnica de València.
- [5] QLIHAA, A., DHIMNI, S., MELRHAKA, F., et al. Caractérisation physico-chimique d'une argile Marocaine [Physico-chemical characterization of a morrocan clay]. J. Mater. Environ. Sci, 2016, vol. 7, no 5, p. 1741-1750.
- [6] MALUMBA KAMBA, Paul, JANAS, Sébastien, DEROANNE, Claude, et al. Structure de l'amidon de maïs et principaux phénomènes impliqués dans sa modification thermique. Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement, 2011, vol. 15, no 2.
- [7] MBEY, J. A., NGALLY SABOUANG, C. J., THOMAS, F., et al. MATERIAUX COMPOSITES AMIDON-ARGILE: UNE PERSPECTIVE DE VALORISATION DES RESSOURCES AU CAMEROUN. *Séminaire de l'école doctorale RP2E, Ingénierie des ressources, Procédés, Produits et Environnement, Université de Nancy*, 2011, p. 381-386.
- [8] DRABCZYK, Anna, KUDŁACIK-KRAMARCZYK, Sonia, GŁĄB, Magdalena, et al. Physicochemical investigations of chitosan-based hydrogels containing Aloe Vera designed for biomedical use. Materials, 2020, vol. 13, no 14, p. 3073.

**Chapitre III :**  
**Synthèses et caractérisations**  
**des composites**

**III.1 Introduction**

Dans le cadre de ce travail, le chitosane et l'amidon sont des polymères différents, et l'argile est utilisée pour créer des composites avec chacun de ces polymères. Cela permet de créer des nouveaux matériaux, tels que le chitosane-argile et l'amidon-argile, qui possèdent des propriétés différentes de celles des matériaux d'origine.

Ce chapitre est consacré à la synthèse et la caractérisation des composites amidon-argile et chitosane-argile en étudiant différents paramètres d'élaboration de ces matériaux. Les méthodes utilisées pour la caractérisation des composites obtenus sont : la DRX et la spectroscopie IR.

**III.2 Produits et matériels utilisés****A) Petit matériel**

1-verrerie de laboratoire : erlenmeyer, bécher, pipette graduée, tube à essai, boîte de pétrie.

2-balance analytique.

3-agitateur chauffant.

4-centrifugeuse.

5-étuve.

**B) Appareillage**

1-spectrophotomètre infrarouge IR.

2-diffraction des rayons X (DRX).

**C) Produits**

1-Amidon ( $C_6H_{10}O_5$ )<sub>n</sub>.

2-Chitosane  $C_{56}H_{103}N_9O_{39}$ .

3- Argile Illite

4- l'eau distillé  $H_2O$ .

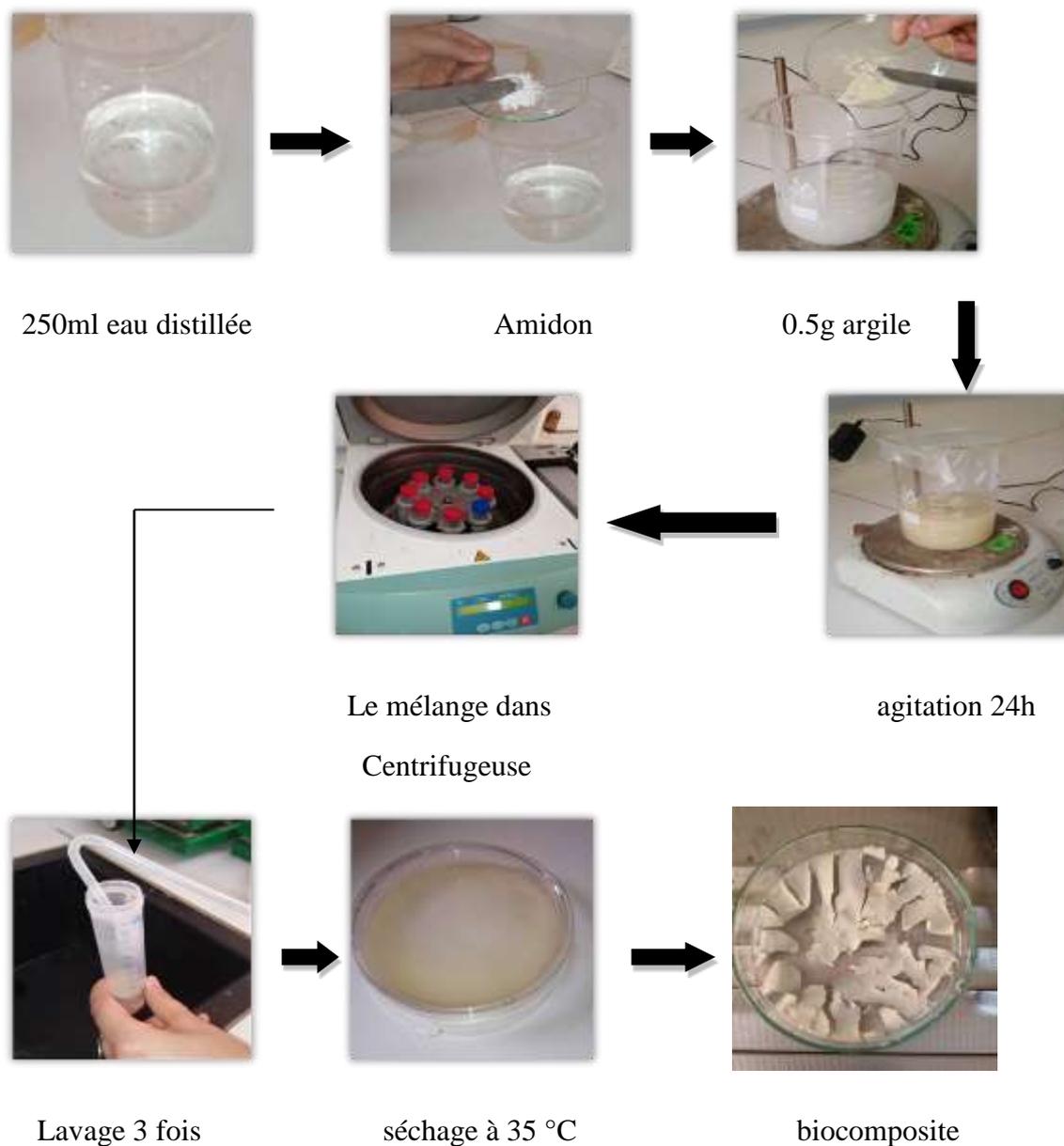
5- Acide acétique  $CH_3COOH$ .

6- Acide sulfurique  $H_2SO_4$ .

### III.3 Synthèse des composites

#### III.3.1 Composite argile/amidon

La synthèse du biocomposite consiste à dissoudre l'amidon dans 250ml d'eau distillée à 0.5% (w/v). Une quantité de l'argile 0.2% (w/v) est ensuite ajoutée à la solution de l'amidon sous agitation pendant 24 h. Le mélange est ensuite filtré, lavé trois fois à l'eau distillée et séché pendant 24h à 35 °C (**figure III.1**).



**Figure III.1:** Protocole de synthèse du biocomposite argile/amidon.

III.3.2 Composite argile/chitosane

La synthèse du biocomposite consiste à dissoudre le chitosane dans une solution d'acide acétique (1ml acide acétique dilué dans 100ml eau distillé à 0.1% (w/v). Une quantité de l'argile 0.5% (w/v) est ensuite ajoutée à la solution de chitosane. Le mélange est soumis sous agitation pendant 24 heures. Le mélange est ensuite filtré, lavé trois fois à l'eau distillée et séché pendant 24 h à 35 °C (figure III.2).

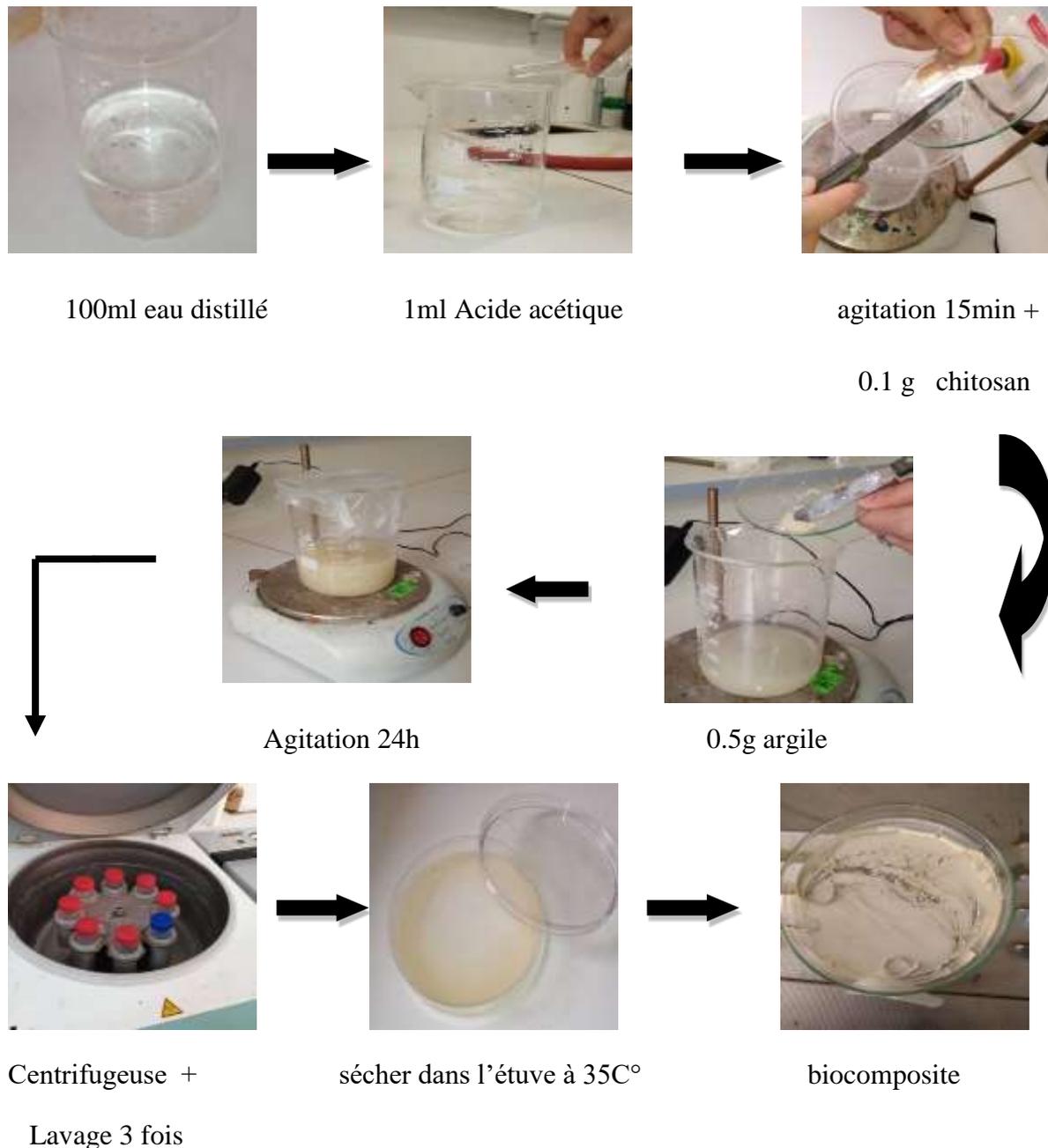


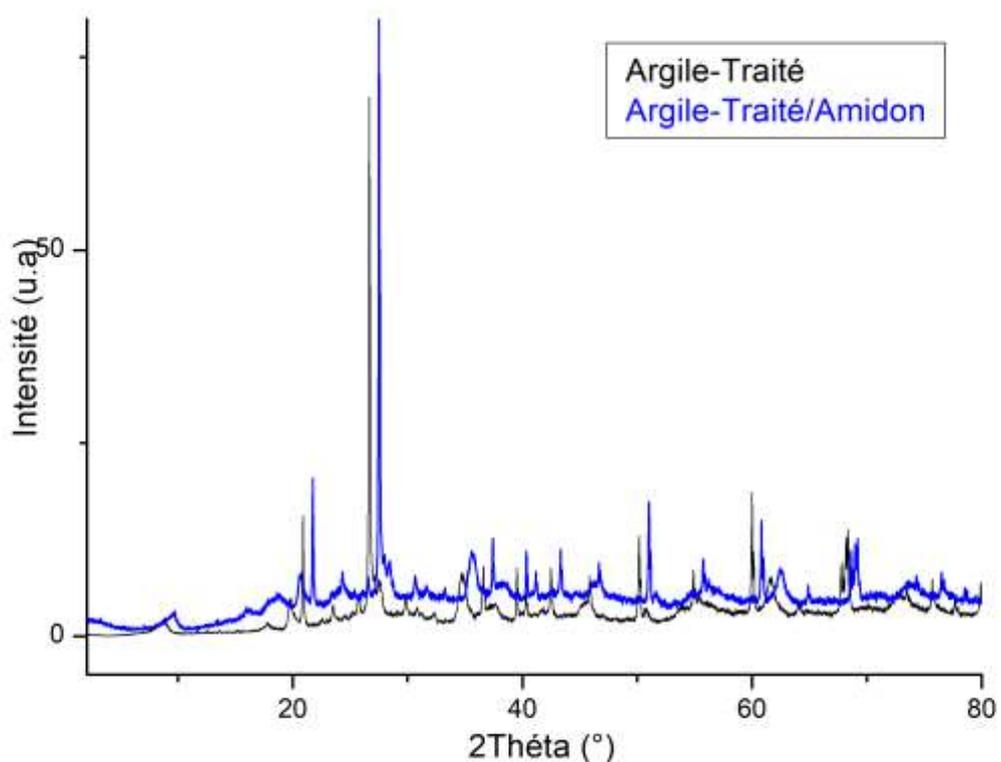
Figure III.2: Protocole de synthèse du biocomposite argile/chitosane.

### III.4 Caractérisation des composites

#### III.4.1 Caractérisation des composites par DRX

##### A) Argile/amidon

Le spectre de composite amidon-argile montre l'existence des mêmes pics caractéristiques de l'argile décalée vers des valeurs de  $2\theta$  plus grandes. Le premier pic a été décalé vers la droite impliquant la diminution de la distance interréticulaire de l'illite de 9,9 à 9,1 Å. On note également l'apparition du pic de l'amidon situé à  $16^\circ$ . Un élargissement du pic situé à  $18^\circ$  a été marqué. Ceci peut être expliqué par l'interaction entre le biopolymère et les feuillets de l'illite.

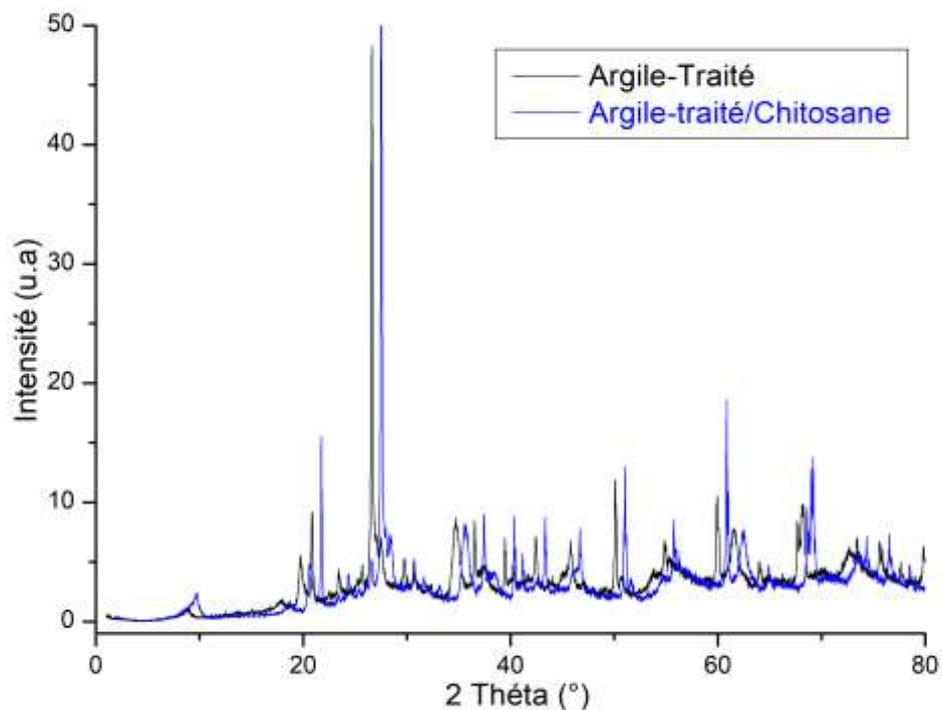


**Figure III.3:** Spectres DRX de composite argile/amidon.

**B) Argile/chitosane**

A travers le diffractogramme du composite argile/chitosane, on note le déplacement de la majorité des pics caractéristiques de l'argile vers des valeurs de  $2\theta$  plus grandes.

Le pic caractéristique de l'illite présente une distance interréticulaire de 9,1 Å, valeur inférieure à celle de l'argile traitée. Ces résultats montrent que la structure argileuse a été modifiée après réaction avec le biopolymère.



**Figure III.4:** Spectres DRX de composite argile/chitosane.

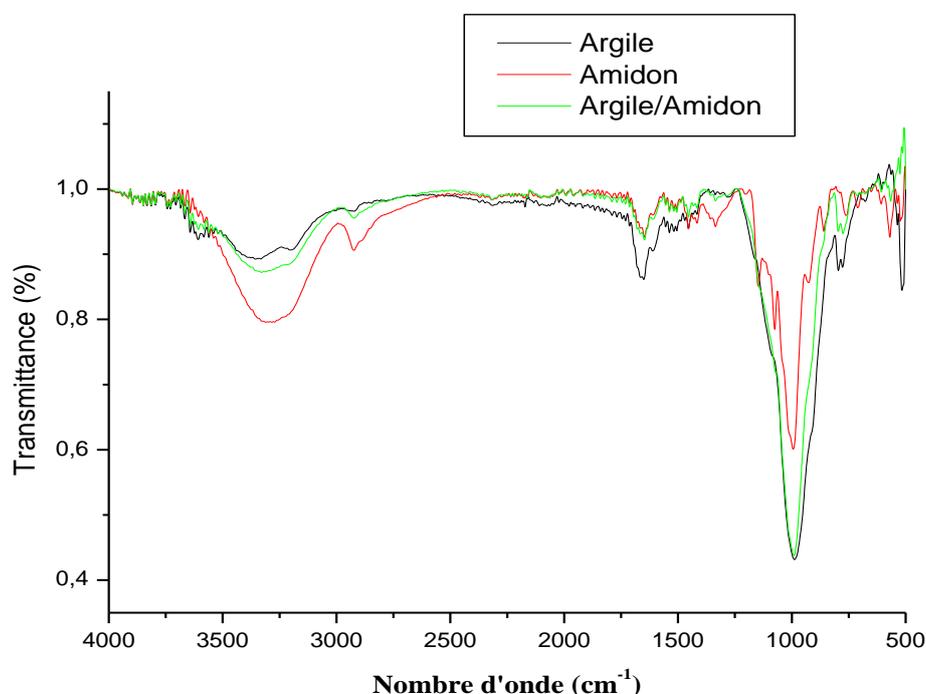
Les résultats issus de la DRX montrent qu'il existe des interactions argile bio-polymère aussi bien pour l'amidon et le chitosane.

## III.4.2 Caractérisation des composites par IR

## A) Argile/amidon

Les résultats de l'analyse FT-IR du composite obtenu et les matériaux de départ utilisés sont présentés dans la **figure III.5**. Nous avons remarqué que le spectre du composite relève les mêmes bandes caractéristiques des matériaux de départ.

La bande caractéristique située environ 3300 et 3600  $\text{cm}^{-1}$  s'affaiblit d'intensité due au chevauchement de l'étirement OH de l'argile et la bande des groupements hydroxyle OH inter et intramoléculaire d'amidon. On note que l'intensité de la bande située à 2920  $\text{cm}^{-1}$  provient d'élongation des liaisons C-H d'amidon diminue également. Le spectre relève la présence de la même bande attribuée aux groupements carboxyle C=O d'amidon et l'apparition de la bande des liaisons d'hydroxyle OH située entre 1600 et 1700  $\text{cm}^{-1}$  d'argile due aux interactions entre l'amidon et argile. La bande la plus intense a environ 990 jusqu'à 1000  $\text{cm}^{-1}$  provient des vibrations d'étirement des groupements Siloxane Si-O d'argile ce qui confirme l'interaction amidon-argile en exfoliant les feuillets d'argile.



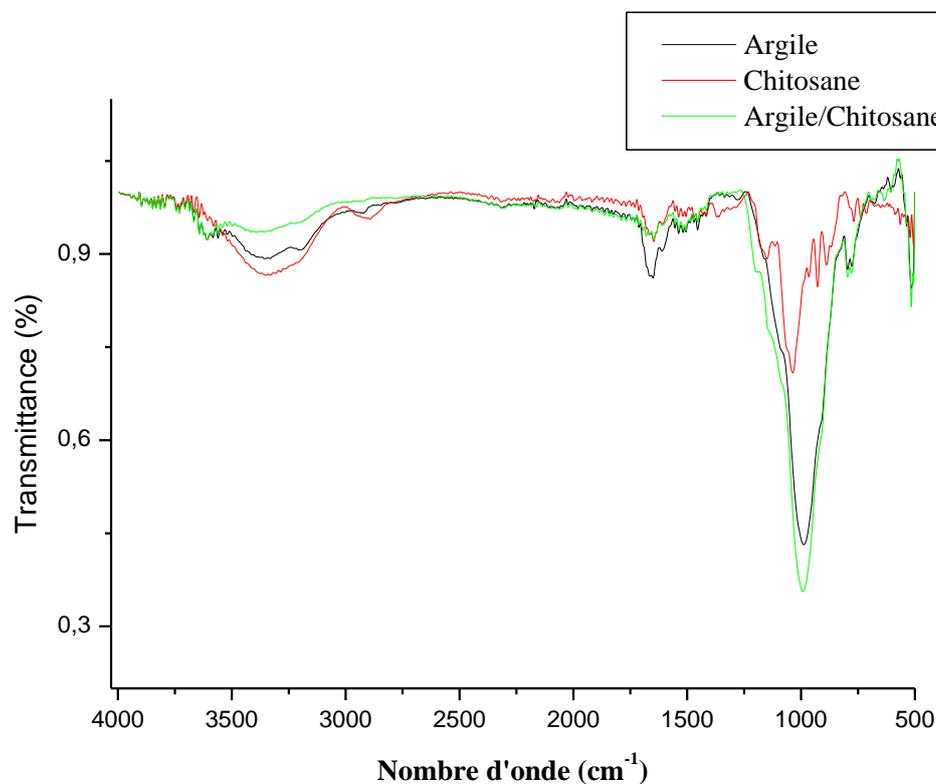
**Figure III.5:** Spectres IR de composite argile/amidon.

**B) Argile/chitosane**

Les spectres d'analyses par FT-IR effectués sur le composite argile/chitosane, le chitosane et l'argile traitée sont représentés dans la **figure III.6**

Le spectre du composite montre la présence de la bande située à  $3400\text{ cm}^{-1}$  mais à faible intensité peut être due au chevauchement de l'étirement OH d'argile et des bandes d'étirement OH et N-H du chitosane. On note également la disparition de la bande relative aux vibrations d'élongation des liaisons C-H symétrique ou/et asymétrique du chitosane située à  $2890\text{ cm}^{-1}$  dans le composite. Le composite relève la présence des bandes à faible intensité à environ  $1600\text{ cm}^{-1}$  attribuables aux groupements C-O et amide du chitosane. Ainsi, la bande la plus intense est attribuée aux liaisons Si-O d'argile.

Ces résultats confirment que le composite présente des fortes interactions entre le chitosane et l'argile traitée.



**Figure III.6:** Spectres IR de composite argile/chitosane.

---

# **Conclusion Générale**

---

## CONCLUSION GENERALE

---

L'objectif de notre travail est d'élaborer des biocomposites à base d'une argile contenant l'illite et de deux biopolymères l'amidon et le chitosane.

L'argile a été préalablement traité par l'acide sulfurique afin d'éliminer les impuretés. Ainsi l'argile traitée a été caractérisée par diffraction de rayons X et spectroscopie FTIR. Le spectre DRX de l'argile traitée montre une diminution des distances inter réticulaires des différents pics de l'argile suite à l'exfoliation de la structure feuilletée de l'argile de départ. La spectroscopie FTIR de l'argile traitée présente les mêmes bandes d'absorption de l'argile brute et une légère diminution des intensités des bandes d'absorption des groupements Si—O et OH.

La diffraction de rayons X des polymères amidon et chitosane montrent que les deux sont des polymères semi-cristallins. La spectroscopie FTIR quant à elle montre la présence des bandes d'absorption caractéristiques du chitosane celles des groupements N-H, O-H et C=O. Ainsi, la présence des groupements OH et C=O pour le biopolymère amidon.

Pour la suite du travail, la méthode adoptée pour l'élaboration des deux biocomposites est la méthode de mélange en solution. Les résultats issus de la DRX montrent qu'il existe des interactions argile bio-polymère aussi bien pour l'amidon et le chitosane. En effet, les spectres DRX des deux biocomposites montre l'exfoliation de la structure feuilletée de l'argile. La spectroscopie IRTF confirme les résultats de la DRX. En effet, les spectres des composites présentent les mêmes bandes caractéristiques des matériaux de départ, majoritairement moins intenses, suites aux interactions argile-biopolymères.

Les résultats de ce travail sont originaux et nécessitent des études ultérieures et complémentaires des propriétés thermiques et chimiques de ces biocomposites. Les matériaux obtenus doivent être testés dans des applications dans différents domaines tels que l'environnement, la catalyse et les activités biologiques.